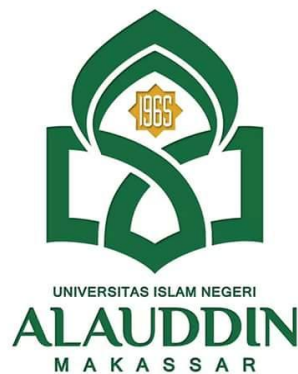


**SINTESIS ZEOLIT DARI ABU SEKAM PADI (*Oryza Sativa* L.) DENGAN
PENAMBAHAN SURFAKTAN *SODIUM DODECYL BENZENE*
SULFONATE (SDBS) SEBAGAI ADSORBEN
LOGAM TIMBAL (Pb)**



SKRIPSI

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Meraih Gelar Sarjana
Sains Jurusan Kimia Pada Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Alauddin Makassar

Oleh:

PUTRIANI

NIM: 60500113002

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI ALAUDDIN MAKASSAR
2018

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Mahasiswa yang betanda tangan di bawah ini:

Nama : Putriani
NIM : 60500113002
Tempat/Tanggal Lahir : Pattiroang/11 Oktober 1995
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Alamat : Sicini, Kec. Parigi, Gowa
Judul : Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi (*Oryza Sativa* L.)
dengan Penambahan Surfaktan *Sodium Dodecy Benzene Sulfonate* (SDBS) sebagai Adsorben Logam
Timbal (Pb).

Menyatakan dengan sesungguhnya dan penuh kesadaran bahwa skripsi ini benar adalah hasil karya penyusun sendiri. Jika dikemudian hari terbukti ia merupakan duplikat, tiruan, plagiat atau dibuat oleh orang lain, sebagian atau seluruhnya, maka skripsi dan gelar yang diperoleh karenanya batal demi hukum.

Samata-Gowa, 30 Januari 2018

Penyusun,



Putriani

NIM: 60500113002

PENGESAHAN SKRIPSI

Skripsi yang berjudul, “Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi (*Oryza Sativa* L.) dengan Penambahan Surfaktan *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS) sebagai Adsorben Logam Timbal (Pb)”, yang disusun oleh **Putriani**, NIM: **60500113002**, mahasiswa Jurusan Kimia pada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar, telah diuji dan dipertahankan dalam sidang munaqasyah yang diselenggarakan pada hari Selasa, tanggal 30 Januari 2018 M, bertepatan dengan 13 Jumadil awal 1439 H, dinyatakan telah dapat diterima sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana dalam Ilmu Sains dan Teknologi, Jurusan Kimia (dengan beberapa perbaikan).

Makassar, 30 Januari 2018 M

13 Jumadil awal 1439 H

DEWAN PENGUJI

Ketua	: Dr. M. Thahir Maloko, M.Hi	(.....)
Sekretaris	: Sappewali, S.Pd., M.Si	(.....)
Munaqisy I	: Dra. Sitti Chadijah, M.Si	(.....)
Munaqisy II	: Prof. Dr. H. Muh. Ghalib, M.Ag	(.....)
Pembimbing I	: Sjamsiah, S.Si., M.Si., Ph.D	(.....)
Pembimbing II	: Kurnia Ramadani, S.Si., M.Pd	(.....)

Diketahui oleh:

Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Alauddin Makassar, 



Prof. Dr. Arifuddin, M.Ag

NIP. 19691205 199303 1 001



KATA PENGANTAR

Assalamu 'alaikum wr. wb

Puji syukur kami panjatkan kehadirat Allah swt. yang telah memberikan rahmat serta karunia-Nya kepada kami, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi dengan judul **“Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi (*Oryza Sativa* L.) dengan Penambahan Surfaktan *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS) sebagai Adsorben Logam Timbal (Pb)”**, ini dapat terselesaikan dengan baik dan tepat waktu.

Terima kasih penulis ucapkan kepada seluruh pihak yang telah membantu dalam proses penulisan skripsi ini. Untuk itu, iringan doa dan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya penulis sampaikan, utamanya kepada kedua orang tuaku tercinta Bapak Daeng Manja dan Ibuku Daeng Tija, terima kasih atas nasihat, motivasi serta dukungan materil yang selalu membangkitkan semangat penulis, serta kakak tersayang Sariani, Mustari dan Sardiman yang selalu memberikan semangat kepada penulis. Semoga Allah swt. selalu memberikan kesehatan dan menjaga mereka. Terima kasih juga penulis ucapkan kepada:

1. Bapak Prof. Musafir Pabbabari M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
2. Bapak Prof. Dr. Arifuddin M.Ag, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Makassar.
3. Ibu Sjamsiah S.Si., M.Si., Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar dan juga selaku Pembimbing I yang telah memberikan kritik dan saran serta bimbingan dari awal penulisan skripsi ini hingga selesai.
4. Ibu Aisyah S.Si., M.Si. selaku sekretaris Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.

5. Ibu Dra. Sitti Chadijah M.Si. selaku kepala Laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar dan selaku penguji I yang telah berkenan meluangkan waktu dan tenaganya.
6. Ibu Kurnia Ramadani, S.Si., M.Pd selaku pembimbing II yang telah berkenan meluangkan waktu dan tenaganya dalam membimbing dari awal penulisan skripsi ini hingga selesai.
7. Bapak Prof. Dr. H Muh Ghalib M.Ag selaku penguji II yang senantiasa memberikan kritik dan saran bagi penulis.
8. Segenap Dosen Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar yang telah mendidik dan memberikan ilmu kepada penulis.
9. Para laboran Jurusan Kimia, kak Awaluddin Ip, S.Si., M.Si, kak Andi Nurahma, S.Si, kak Ismawanti, S.Si, kak Fitri Azis, S.Si., S. Pd dan terkhusus untuk, kak Ahmad Yani, S.Si laboran Anorganik yang dengan kesabarannya memberikan bantuan dan dukungan.
10. Rekan-rekan penelitian saya di Laboratorium Anaorganik yang senantiasa menemani dari awal penyusunan skripsi ini.
11. Segenap senior, junior dan para teman-teman angkatan 2013 serta semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini.

Akhir kata Penulis, semoga skripsi ini bermanfaat bagi penulis dan bagi pembaca umumnya.

Wassalamu 'alaikum wr. wb

Samata-Gowa, 30 Januari 2018

Penulis,

PUTRIANI

DAFTAR ISI

	Halaman
JUDUL	i
PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
ABSTRAK	xi
ABSTRACT	xii
BAB I PENDAHULUAN	1-7
A. Latar Belakang.....	1
B. Tujuan Penelitian.....	6
C. Rumusan Masalah.....	6
D. Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7-32
A. Sekam Padi (<i>Oryza Sativa</i> L.)	8
B. Abu Sekam Padi (<i>Oryza Sativa</i> L.).....	10
C. Zeolit	11
D. Surfaktan	18
E. <i>Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate</i> (SDBS)	20
F. Adsorpsi	21
G. Logam Timbal (Pb)	23
H. Difraksi Sinar-X (<i>X-Ray Diffraction</i>).....	28
I. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	30
BAB III METODE PENELITIAN	31-33
A. Waktu Dan Tempat.....	31

B. Alat Dan Bahan.....	31
C. Prosedur Penelitian.....	31
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	34-49
A. Hasil Penelitian	36
B. Pembahasan	39
BAB V PENUTUP	50
A. Kesimpulan	50
B. Saran	50
DAFTAR PUSTAKA	51-53
LAMPIRAN-LAMPIRAN.....	54-66
RIWAYAT HIDUP	67



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Hasil Analisis XRF Abu Sekam Padi.....	36
Tabel 4.2 Hasil Analisis XRD Zeolit Sintesis dari Abu Sekam Padi	37
Tabel 4.3 Adsorbtivitas Zeolit Sintesis dari Abu Sekam Padi	38

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Sekam Padi.....	9
Gambar 2.2 Abu Sekam padi.....	11
Gambar 2.3 Struktur Umum Kerangka Zeolit	12
Gambar 2.4 Struktur <i>Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate</i> (SDBS)	20
Gambar 2.5 Logam Timbal (Pb)	26
Gambar 2.6 Contoh Hasil Analisis XRD Zeolit	29
Gambar 2.7 Diagram Alir SSA	30
Gambar 4.1 Reaksi Pembentukan Natrium Silikat	42
Gambar 4.2 Reaksi Pembentukan Natrium Aluminat	42
Gambar 4.3 Reaksi Pembentukan Zeolit Sintesis	44
Gambar 4.4 Reaksi SDBS pada Zeolit Sintesis	45
Gambar 4.5 Difragtogram Zeolit Sintesis-tanpa SDBS (ZS1)	46
Gambar 4.6 Difragtogram Zeolit Sintesis-SDBS 0,25 M (ZS2)	47
Gambar 4.7 Difragtogram Zeolit Sintesis-SDBS 0,5 M (ZS3)	48

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Skema Penelitian	56
Lampiran 2 Kurva Kalibrasi Standar Timbal (Pb)	57
Lampiran 3 Adsorbtivitas Zeolit Sintesis terhadap Logam Timbal (Pb)	61
Lampiran 4 Hasil XRD Zeolit Sintesis	63
Lampiran 5 Dokumentasi	65

ABSTRAK

Nama : Putriani

NIM : 60500113002

Judul : Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi (*Oryza Sativa* L.) dengan Penambahan Surfaktan *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS) sebagai Adsorben Logam Timbal (Pb)

Sekam padi merupakan bagian terluar dari butir padi yang merupakan hasil samping dari proses penggilingan padi. Sekam padi memiliki kandungan silika yang tinggi sehingga dapat dijadikan sebagai sumber silika untuk sintesis zeolit. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui adsorbtivitas zeolit sintesis dari abu sekam padi dengan penambahan surfaktan *sodium dodecyl benzene sulfonate* terhadap logam timbal. Penelitian ini menggunakan metode hidrotermal pada suhu 120°C. Zeolit sintesis dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui kristalinitas dan kemurnian zeolit serta diuji tingkat adsorbtivitasnya terhadap logam Pb dengan SSA. Hasil XRD menunjukkan bahwa senyawa zeolit berupa sodalit muncul pada ZS1 dan zeolit L, zeolit (K,Ba) G,L muncul pada ZS2 dan ZS3. Uji adsorbtivitas menunjukkan bahwa ZS1, ZS2 dan ZS3 dapat mengadsorbsi logam Pb dengan efisiensi masing-masing sebesar 99,47%; 95,78% dan 94,67%.

Kata kunci : Sekam padi, Zeolit, *sodium dodecyl benzene sulfonat*, Adsorben, Logam Pb.

ABSTRACT

Name : Putriani

NIM : 60500113002

Title : Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi (Oryza Sativa L.) dengan Penambahan Surfaktan Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate (SDBS) sebagai Adsorben Logam Timbal (Pb)

Rice husk is the outermost part of the rice grain which is a product of rice milling. Rice husk has a high silica content that can be used as a source of silica for synthesis of zeolite. This study aims to determine the adsorbability of synthetic zeolite from rice husk ash by the addition of an sodium dodecyl benzene sulfonate to metal Pb. This study using hydrothermal method on the temperatures 120°C. Synthetic zeolite in characterization with XRD to find crystallinity and purity of zeolite and adsorbability test against Pb metal with SSA. XRD result show that sodalite compound appear in ZS1 and zeolite K, zeolite (K, Ba)G,L appear on ZS2 and ZS3. The adsorbability test showed that ZS1, ZS2 and ZS3 can adsorb Pb with efficiency level of 99,47%, 95,78% and 94,67%.

Keywords: *Rice husk, Zeolite, sodium dodecyl benzene sulfonate, Adsorbent, Pb metal.*

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Perkembangan industri di Indonesia saat ini cukup pesat hal ini ditandai dengan semakin banyaknya industri yang memproduksi berbagai jenis kebutuhan manusia seperti industri kertas, tekstil, penyamakan kulit dan lain sebagainya. Bertambahnya industri tersebut menyebabkan semakin banyak pula hasil samping atau limbah yang dihasilkan. Salah satu limbah yang dihasilkan adalah limbah logam berat. Ion-ion logam berat merupakan racun bagi organisme serta sangat sulit diuraikan baik secara biologi maupun kimia. Logam berat ini dapat menyebabkan pencemaran serius terhadap lingkungan jika kandungan logam berat melebihi ambang batas serta mempunyai sifat racun yang sangat berbahaya dan akan menyebabkan penyakit serius pada manusia apabila terakumulasi ke dalam tubuh.

Salah satu logam berat yang dapat mencemari lingkungan tersebut yaitu logam timbal (Pb). Logam timbal sangat populer dan dikenal banyak orang awam. Hal tersebut disebabkan oleh banyaknya tanah hitam yang digunakan di pabrik dan paling banyak menimbulkan keracunan pada makhluk hidup. Timah hitam sejenis logam yang lunak dan berwarna coklat kehitaman serta mudah dimurnikan dari pertambangan. Penggunaan timbal terbesar adalah dalam industri baterai, kendaraan bermotor seperti timbal metalik dan komponen-komponennya. Timbal digunakan pada bensin untuk kendaraan, cat dan pestisida. Pencemaran timbal merupakan masalah utama, tanah dan debu sekitar jalan raya pada umumnya telah tercemar bensin bertimbal selama bertahun-tahun (Junaedi, 2015: 1).

Usaha-usaha pengendalian limbah ion logam belakangan ini semakin berkembang, yang mengarah pada upaya-upaya pencarian metode-metode baru yang murah, efektif dan efisien. Beberapa metode kimia maupun biologis telah dicoba untuk menghilangkan logam berat yang terdapat di dalam limbah diantaranya, adsorbs, pertukaran ion (*ion exchange*) dan pemisahan dengan membran. Proses adsorpsi lebih banyak dipakai dalam industri karena mempunyai beberapa keuntungan, yaitu lebih ekonomis dan juga tidak menimbulkan efek samping yang beracun serta mampu menghilangkan bahan-bahan organik. Adsorben adalah proses akumulasi adsorbat pada permukaan adsorben yang disebabkan oleh gaya tarik antar molekul adsorbat dengan permukaan adsorben (Junaedi, 2015: 2).

Salah satu bahan yang dapat dijadikan sebagai adsorben alternatif yang berasal dari alam adalah sekam padi. Dalam industri batu bata atau genteng yang menggunakan sekam padi sebagai bahan bakar akan dihasilkan abu dari sekam padi sebagai limbah kedua. Kadar abu sekitar 13,16% - 35% berat dari sekam yang dibakar. Pemanfaatan limbah abu ini masih sangat kecil, hanya digunakan sebagai abu gosok (Utomo dan Isti, 2014: 2). Abu sekam padi apabila apabila dibakar secara terkontrol pada suhu tinggi (500 – 600 °C) akan menghasilkan abu silika yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai proses kimia. Nilai paling umum kandungan silika (SiO_2) dalam abu sekam padi adalah 94 – 96 % dan apabila nilainya mendekati atau dibawah 90 % kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi oleh zat lain yang kandungan silikanya rendah (Prasad, 2001: 629).

Allah berfirman dalam QS Az-Zumar/39: 21

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَسَلَكَهُ يَنْبِيعَ فِي الْأَرْضِ ثُمَّ نُخْرِجُ بِهِ
زَرْعًا مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهُ ثُمَّ يَهِيَجُ فَتَرَهُ مُصْفَرًّا ثُمَّ تَجْعَلُهُ حُطَمًا إِنَّ فِي ذَلِكَ
لَذِكْرًا لِأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿٢١﴾

Terjemahnya :

“Apakah kamu tidak memperhatikan, bahwa Sesungguhnya Allah menurunkan air dari langit, Maka diaturnya menjadi sumber-sumber air di bumi Kemudian ditumbuhkan-Nya dengan air itu tanam-tanaman yang bermacam-macam warnanya, lalu menjadi kering lalu kamu melihatnya kekuning-kuningan, Kemudian dijadikan-Nya hancur berderai-derai. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat pelajaran bagi orang-orang yang mempunyai akal”.

Menurut Tafsir Al-Misbah (2009: 35), Salah satu janji Allah yang selalu diingkari oleh kaum musyirikin adalah janji tentang kebangkitan manusia setelah kematiannya untuk menerima sanksi dan ganjaran. Ayat tersebut mengemukakan salah satu bukti tentang kuasa-Nya membangkitkan yang telah mati, Allah berfirman: bahwa sesungguhnya Allah menurunkan air hujan dari langit, lalu Dia mengalirkannya di tanah menjadi mata air-mata air di bumi, kemudian satu hal yang lebih hebat lagi adalah Dia menumbuhkan-dengannya tanam-tanaman pertanian yang bermacam-macam jenis, bentuk, rasa dan warnanya walau air yang menumbuhkannya sama, lalu ia menjadi kering atau menguat dan tinggi lalu engkau melihatnya kekuning-kuningan setelah sebelumnya segar hijau-kehijauan, kemudian menjadikannya hancur layu berderai-derai. Sesungguhnya pada yang demikian itu yakni prroses yang silih berrganti dari satu kondisi ke kondisi yang lain benar-benar terdapat pelajaran yang sangat berharga bagi orang-orang pemikir.

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah swt. menciptakan berbagai jenis tanaman pertanian yang bermacam-macam jenis, bentuk, rasa dan warna dari air

hujan yang turun dari langit. Salah satu contoh ciptaan-Nya adalah sekam padi yang merupakan hasil sampingan dari proses pengolahan padi menjadi beras. Sekam padi memiliki kandungan silika yang dapat digunakan dalam pembuatan zeolit sintetis. Hal ini menunjukkan bahwa semua makhluk yang diciptakan Allah tidak ada yang sia-sia, sebagaimana pengolahan sekam padi menjadi zeolit sintesis.

Tingginya kandungan silika yang terdapat dalam abu sekam padi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sumber silika dalam sintesis zeolit. Zeolit merupakan suatu mineral alumino silikat yang mengandung komponen utama Si dan Al dengan struktur kristal yang terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka alumino-silikat dan air. Kation logam alkali dan alkali tanah dalam struktur zeolit dapat digantikan oleh ion dari logam berat melalui pertukaran ion. Zeolit mempunyai susunan kerangka yang khas, hal tersebut membuat zeolit banyak dimanfaatkan secara luas sebagai adsorben limbah pencemar lingkungan karena kemampuannya memisahkan spesi-spesi sasaran melalui prinsip pertukaran ion (Putra, 2015: 19). Sebagaimana dijelaskan dalam Firman Allah swt. dalam QS Al-Anbiya' / 21: 16, yang berbunyi:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لْعِبِينَ

Terjemahnya:

“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan segala apa yang ada di antara keduanya dengan main-main”.

Menurut Tafsir Al-Misbah (2009: 23), tidak wajar bagi Kami melakukan selain apa telah Kami lakukan itu, yakni menepati janji Kami dan menyiksa para pembangkang, karena tidaklah Kami ciptakan langit dan bumi dan segala yang ada di antara keduanya dengan tata aturan yang demikian rapi, indah dan harmonis dengan bermain-main, yakni tanpa arah dan tujuan yang benar, tetapi itu

semua Kami ciptakan untuk membuktikan keesaan dan kekuasaan Kami serta untuk kepentingan makhluk-makhluk Kami.

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah swt. menciptakan langit dan bumi dan segala apa yang ada di antara keduanya dengan main-main. Sebagaimana abu sekam padi yang dapat diolah menjadi zeolit sintetik. Zeolit sintetis yang dihasilkan dari sekam padi dapat dimanfaatkan kembali sebagai adsorben untuk menyerap logam-logam berat yang dapat mencemari lingkungan.

Pemanfaatan zeolit sintesis yang dihasilkan dari abu sekam padi sebagai adsorben sangat dipengaruhi oleh ukuran pori. Pembentukan ukuran pori suatu zeolit ditentukan oleh molekul pengarah yang ditambahkan pada proses hidrotermal. Molekul tersebut berupa surfaktan *sodium dodecyl benzene sulfonat* (SDBS) yang akan membentuk cetakan cukup besar dan dikelilingi oleh ion-ion pembentuk struktur zeolit. Proses hidrotermal merupakan proses pemanasan dengan menggunakan hidrotermal melibatkan air dan panas, dimana larutan prekursor dipanaskan pada temperatur relatif tinggi ($\pm 100^{\circ}\text{C}$) dalam wadah tertutup (Warsito, dkk, 2008: 3).

Beberapa penelitian yang menunjang penelitian ini yaitu Wardalia (2016), mengenai karakterisasi pembuatan adsorben dari sekam padi sebagai pengadsorpsi logam timbal (Pb) pada limbah cair diperoleh hasil bahwa sekam padi merupakan adsorben yang baik dalam mengadsorpsi ion logam timbal dengan ukuran adsorben yang paling bagus yaitu 100 mesh dengan jenis aktivator asam klorida (HCl). Junaedi, Nurul Fadhillah, dkk (2015) dalam penelitiannya mengenai pemanfaatan sekam padi sebagai adsorben untuk menurunkan ion logam berat dalam air limbah timbal (Pb) diperoleh waktu kontak optimum adsorpsi ion timbal (Pb) adalah 40 menit. Penelitian yang dilakukan Warsito, dkk (2008), tentang sintesis zeolit menggunakan surfaktan n-CTMABr sebagai molekul pengarah

dalam pembuatan zeolit Y diperoleh hasil bahwa penambahan surfaktan n-CTMABr dapat meningkatkan kristalinitas dan ukuran pori zeolit serta menghasilkan ukuran pori yang seragam.

Berdasarkan latar belakang tersebut maka dilakukanlah penelitian “sintesis zeolit dari abu sekam padi (*oriza sativa* L.,) dengan penambahan sufraktan *sodium dodecyl benzene sulfonate* (SDBS) sebagai adsorben logam timbal (Pb)”. Pada penelitian ini akan dilakukan karakterisasi zeolit hasil sintesis dari abu sekam padi sebagai sumber silika dengan penamambahan surfaktan *sodium dodecyl benzene sulfonate* (SDBS) dan menguji kemampuan adsorbsinya terhadap logam timbal (Pb).

B. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini yaitu bagaimana adsorbtivitas zeolit sintetis dari abu sekam padi dengan penambahan surfaktan *sodium dodecyl benzene sulfonate* (SDBS) terhadap logam timbal (Pb)?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini yaitu untuk mengetahui adsortivitas zeolit sintetis dari abu sekam padi dengan penambahan surfaktan *sodium dodecyl benzene sulfonate* (SDBS) terhadap logam timbal (Pb).

D. Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Dapat memberikan informasi tentang pengolahan alternatif limbah sekam padi.
2. Hasil penelitian ini diharapkan dapat menyumbangkan pemikiran terhadap pemecahan masalah yang berkaitan dengan pencemaran logam berat seperti logam timbal (Pb) terhadap lingkungan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Sekam Padi

Menurut Azhar (2010: 25), klasifikasi tanaman padi:

Kingdom : *Plantae* (Tumbuhan)
Divisi : *Spermatophyta* (Menghasilkan biji)
Sub Divisi : Angiospermae
Kelas : Monocotyledoneae
Famili : Gramineae
Genus : *Oryza*
Spesies : *Oryza sativa* L.

Tanaman padi adalah tanaman yang mudah ditemukan terlebih di pedesaan. Tanaman padi juga termasuk dalam jenis tanaman rumput-rumputan. Tanaman padi merupakan tanaman yang berumur pendek karena hanya berumur kurang dari satu tahun dan berproduksi satu kali. Setelah padi berbuah dan di panen maka padi tersebut tidak dapat tumbuh kembali dan akan mati. Tanaman padi dikelompokkan ke dalam dua bagian yaitu bagian vegetatif yang terdiri dari akar yang berfungsi untuk menyerap unsur hara pada tanah, batang padi yang beruas-ruas dan daun yang berbeda-beda yang mempunyai ciri sisik dan daun telinga. Bagian generatif yaitu malai yang tumbuh pada ujung buku paling atas dan gabah yang disebut dengan buah padi (Mubaroq, 2013: 134-135).

Sekam padi adalah bagian terluar dari butir padi yang merupakan hasil samping dalam proses penggilingan padi. Negara ASEAN memproduksi padi sekitar 29 juta ton pertahun yang hamper semua sekam padi yang dihasilkan

terbuang begitu saja. Sedikit sekali usaha yang dapat memanfaatkan sekam menjadi sesuatu yang berguna (Utomo dan Isti, 2014: 7).



Gambar 2.1 *Sekam Padi*

Sekam padi yang merupakan salah satu produk samping dari proses penggilingan padi. Usaha untuk memanfaatkan sekam padi masih terbatas, selama ini hanya menjadi limbah yang belum dimanfaatkan secara optimal. Sekam padi sering digunakan sebagai bahan pembakar bata merah, media tanaman atau dibuang begitu saja. Kandungan silika yang tinggi pada abu hasil pembakaran sekam padi menjadi alasan utama pemanfaatannya menggantikan sumber silika lain yang lebih mahal, selain itu mudah didapat dan tidak membahayakan karena tidak beracun (Warsito, dkk., 2008: 2).

Sekam padi adalah alternatif sumber silika yang dapat menjadi sumber kimia murni yang banyak digunakan karena murah selektivitasnya rendah dan tinggi aktivitas. Sekam padi digunakan sebagai sumber silika aktif untuk sintesis zeolit. Mula-mula silika dibakar sempurna untuk menghasilkan abu putih yang bebas karbon. Kalsinasi dari sekam padi yang menghasilkan kehilangan lebih dari 70% berat, mengubah material silikon organik dalam sekam sehingga menjadi abu sekam padi putih (ASPP) (Utomo dan Isti, 2014: 2).

Kadar lemak sekam padi bervariasi dari 0,39% - 2,98%. Komponen lemak sekam padi adalah sebagian besar sterol dan asam-asam lemak. Karakteristik

lemak sekam padi dibandingkan dedak adalah asam lemak C22 dan C24 dalam sekam. Sekam padi mengandung vitamin, terutama vitamin B1 yang jumlahnya sedikit. Seperti diketahui padi terdiri dari beras (65%), sekam (20%), bekatul (8%), dan bagian lainnya yang hilang (7%). Sekam mengandung senyawa organik berupa lignin, setin, selulosa, *hemisellulose* (pentosan), senyawa nitrogen, lipida, vitamin B1 dan asam organik. Sekam padi memiliki kandungan spesifik dibandingkan bahan lain, terutama tingginya *crude fiber* (serat kasar), lignin dan abu. Sebagian kecil dari sekam dipakai untuk litter pada peternakan unggas. Berbagai asam amino terdapat dalam protein sekam. Prolin merupakan asam amino yang dominan sedangkan arginin, histidin dan glutamat tergolong sangat rendah. Komposisi anorganik terdiri dari Natrium (Na) (0,0065%), besi (Fe) (0,0043%), kalsium (Ca) (0,0006%), kalium (K) (0,0559%), magnesium (Mg) (0,0010%), silika (Si) (56,8081%), posfor (P) (0,0041%), dan klorida (Cl) (0,0924%) (Utomo dan Isti, 2014: 9).

B. Abu Sekam Padi

Abu sekam padi merupakan hasil pembakaran dari sekam padi pada suhu tinggi. Komponen dalam abu sekam padi yang tertinggi yaitu silika. Kandungan silika dalam abu sekam padi (ASP) sangat tinggi sekitar 96 %. Silika dan alumina merupakan media berpori yang berpotensi digunakan sebagai adsorben untuk ion-ion logam. Silika dan alumina memiliki sisi polar dengan adanya gugus -OH apabila dalam larutan mengandung air. Ion-ion logam berat yang bermuatan positif menyebabkan ion-ion logam terserap pada sisi material yang bersifat polar. Keberadaan ion-ion logam tersebut dapat dipengaruhi oleh adanya ion pengganggu yang berada dalam larutan adsorbat dan dikelilingi oleh molekul air (Amelia, dkk., 2011: 2).



Gambar 2.2 *Abu Sekam Padi*

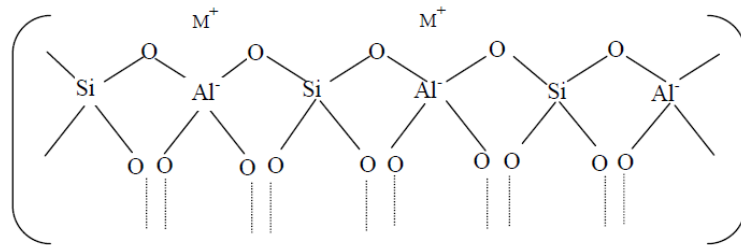
Proses pembakaran sekam padi, senyawa-senyawa seperti hemiselulosa, selulosa dan lain-lain akan diubah menjadi CO_2 dan H_2O . Abu berwarna keputih-putihan yang dihasilkan dari proses pembakaran sekam padi banyaknya adalah 13,1% - 29,04% berat kering (Utomo dan Isti, 2014: 11)

Pembakaran sekam dapat diperoleh silikat dalam berbagai bentuk tergantung pada kebutuhan industri tertentu dengan mengatur suhu pembakaran. Silikat dalam bentuk amorf sangat reaktif. Pembakaran secara terbuka (seperti di sawah-sawah) dapat menghasilkan abu silikat bentuk amorf dan biasanya mengandung 86,9% - 97,80% silika dan 10% - 15% karbon (Utomo dan Isti, 2014: 12).

C. Zeolit

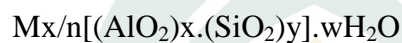
Nama zeolit ini berasal dari bahasa Yunani yaitu “*Zeni*” dan “*Lithos*” yang berarti batu yang mendidih, karena apabila dipanaskan membuih dan mengeluarkan air.

Struktur kristal zeolit yaitu:



Gambar 2.3 Struktur umum kerangka Zeolit
(sumber: Utomo dan Isti, 2014)

Rumus umum zeolit dapat dituliskan dengan :



- Dimana: n : valensi dari kation M
 w : jumlah molekul air per satu unit sel
 x,y : total jumlah tetrahedral per satu unit sel
 [] : struktur kerangka alumina silikat
 M⁺ : kation alkali / alkali tanah

Secara umum zeolit mampu menyerap, menukar ion dan menjadi katalis, sehingga zeolit sintetis ini dapat dikembangkan untuk keperluan alternatif pengolahan limbah (Utomo dan Isti, 2014: 13).

Zeolit merupakan padatan kristal mikropori yang tersusun dari tetrahedral AlO_4 dan SiO_4 membentuk kerangka struktur. Aksesibilitas senyawa yang berbeda pada struktur dan adsorpsi pada permukaan memungkinkan untuk menggunakan zeolit dalam proses seperti peningkatan kualitas minyak bumi dan pengurangan pengotor. Secara tradisional, zeolit disintesis dari natrium silikat dan aluminat. Bahan-bahan kaya aluminosilikat juga digunakan seperti kaolin, sekam padi dan abu abu layang (Septiyana dan Prastyoko, 2012: 1). Zeolit berbentuk kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung muatan positif dari ion-ion logam alkali dan alkali tanah dalam kerangka kristal tiga dimensi, dengan setiap oksigen membatasi antara dua tetrahedral (Saputra, 2006: 2).

Menurut Saputra (2006: 2), Zeolit pada dasarnya memiliki tiga variasi struktur yang berbeda yaitu sebagai berikut:

1. Struktur seperti rantai (*chain-like structure*), dengan bentuk kristal acicular dan prismatic, contoh: natrolit.
2. Struktur seperti lembaran (*sheet-like structure*), dengan bentuk kristal platy atau tabular biasanya dengan basal cleavage baik, contoh: heulandit.
3. Struktur rangka, dimana kristal yang ada memiliki dimensi yang hampir sama, contoh: kabasit.

Zeolit mempunyai kerangka terbuka, sehingga memungkinkan untuk melakukan adsorpsi Ca bertukar dengan $2(\text{Na}, \text{K})$ atau CaAl dengan $(\text{Na}, \text{K})\text{Si}$. Morfologi dan struktur kristal yang terdiri dari rongga-rongga yang berhubungan ke segala arah menyebabkan permukaan zeolit menjadi luas. Morfologi ini terbentuk dari unit dasar pembangunan dasar primer yang membentuk unit dasar pembangunan sekunder dan begitu seterusnya.

Menurut Saputra (2006: 5), berdasarkan pada asalnya zeolit dapat dibedakan menjadi dua yaitu sebagai berikut:

1. Zeolit alam. Pada umumnya, zeolit dibentuk oleh reaksi dari air pori dengan berbagai material seperti gelas, *poorly cristalline clay*, plagioklas, ataupun silika. Bentuk zeolit mengandung perbandingan yang besar dari M^{2+} dan H^+ pada Na^+ , K^+ dan Ca^{2+} . Pembentukan zeolit alam ini tergantung pada komposisi dari batuan induk, temperatur, tekanan, tekanan parsial dari air, pH dan aktivitas dari ion-ion tertentu. Umumnya zeolit alam digunakan untuk pupuk, penjernihan air, dan diaktifkan untuk dimanfaatkan sebagai katalis dan absorben.
2. Zeolit sintetis. Mineral zeolit sintetis yang dibuat tidak dapat persis sama dengan mineral zeolit alam, walaupun zeolit sintetis mempunyai sifat fisis

yang jauh lebih baik. Beberapa ahli menamakan zeolit sintetis sama dengan nama mineral zeolit alam dengan menambahkan kata sintetis di belakangnya, dalam dunia perdagangan muncul nama zeolit sintetis seperti zeolit A, zeolit K-C dan lain-lain. Zeolit sintetis terbentuk ketika gel yang ada terkristalisasi pada temperatur dari temperatur kamar sampai dengan 200°C pada tekanan atmosferik.

Menurut Utomo dan Isti (2014: 15-16), zeolit memiliki beberapa sifat yaitu sebagai berikut:

- a. Dehidrasi. Sifat dehidrasi dari zeolit berpengaruh terhadap sifat adsorpsi. Jumlah molekul air sesuai dengan pori-pori kristal zeolit, bila kation-kation atau molekul air tersebut dikeluarkan dari dalam pori dengan suatu perlakuan tertentu maka akan tertinggal pori yang kosong pada zeolit.
- b. Adsorpsi. Dalam keadaan normal ruang hampa dalam kristal zeolit terisi oleh molekul air yang bila dipanaskan pada suhu 300 – 400 °C maka air tersebut akan keluar sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan.
- c. Penukar Ion. Ion-ion pada rongga atau kerangka zeolit berguna untuk menjaga kenetralan zeolit. Ion-ion ini dapat bergerak bebas dalam rangka zeolit dan bertindak sebagai "*counter ion*" yang dapat dipertukarkan dengan kation-kation lain. Pertukaran ion yang terjadi tergantung dari ukuran dan muatan maupun jenis zeolitnya. Sifat sebagai penukar ion dari zeolit antara lain tergantung dari sifat kation, suhu dan jenis anion.
- d. Katalis. Zeolit merupakan pengemban katalis yang baik karena mempunyai pori-pori yang banyak dengan luas permukaan maksimum. Zeolit sebagai katalis hanya mempengaruhi laju reaksi tanpa mempengaruhi kesetimbangan reaksi. Katalis berpori dengan pori-pori sangat kecil akan

memuat molekul-molekul kecil tetapi mencegah molekul besar masuk. Selektivitas molekuler seperti ini disebut *molecular sieve* yang terdapat dalam substansi zeolit alam.

- e. Penyaring/pemisah. Zeolit sebagai penyaring molekul maupun pemisah didasarkan atas perbedaan bentuk dan ukuran. Molekul yang berukuran lebih kecil dapat melintas sedangkan yang berukuran lebih besar dari ruang hampa akan ditahan.

Menurut Kurniawati (2010: 13), zeolit sintesis dapat dikelompokkan sesuai dengan perbandingan kadar komponen Al dan Si dalam zeolit menjadi :

- 1) Zeolit kadar Si rendah (kaya Al). Zeolit jenis ini banyak mengandung Al, berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan dengan kapasitas besar. Volume porinya dapat mencapai $0,5 \text{ cm}^3$ tiap cm^3 volume zeolit. Contoh zeolit Si rendah yaitu zeolit A dan X.
- 2) Zeolit kadar Si sedang. Jenis zeolit modernit mempunyai perbandingan $\text{Si/Al} = 5$ sangat stabil, maka diusahakan membuat zeolit dengan kadar Si yang lebih tinggi dari 1 yang kemudian diperoleh zeolit Y dengan perbandingan kadar $\text{Si/Al} = 1-3$. Contoh zeolit sintesis jenis ini adalah zeolit omega.
- 3) Zeolit kadar Si tinggi. Zeolit jenis ini sangat higroskopis dan menyerap molekul non polar sehingga baik untuk digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon. Zeolit jenis ini misalnya zeolit ZSM-5, ZSM-11, ZSM-21, ZSM-24.
- 4) Zeolit Si. Kalau zeolit Si tinggi masih mengandung Al meskipun hanya sedikit, tetapi zeolit Si ini tidak mengandung Al sama sekali atau tidak mempunyai sisi kation sama sekali. Sifat zeolit jenis ini adalah sangat *hidrofilik-hidrofobik* sehingga dapat mengeluarkan atau memisahkan suatu

molekul organik dari suatu campuran air. Contoh zeolit silika adalah silikalit.

Zeolit dapat disintesis dari larutan silika dan alumina yang mengandung alkali hidroksida atau basa-basa organik untuk mencapai pH yang tinggi. Suatu gel silika alumina akan terbentuk melalui reaksi kondensasi. Jika kandungan silika dari zeolit adalah rendah, produk seringkali dapat dikristalkan pada temperatur 70–100°C, sedangkan jika zeolit kaya silika, sebagian besar produk hidrotermal adalah gel. Dalam kasus ini, gel selanjutnya ditempatkan dalam *autoclave* selama beberapa hari. Produk zeolit dengan struktur tertentu akan terbentuk pada temperatur antara 100–350°C. Variabel yang menentukan tipe produk meliputi komposisi larutan awal, pH, temperatur, kondisi *aging* serta laju pengadukan dan pencampuran (Fuadi, dkk., 2012: 57).

Menurut Utomo dan Isti (2014: 18), pengolahan zeolit dapat dibedakan menjadi 2 macam yaitu sebagai berikut:

1. Tahap preparasi. Tahapan preparasi zeolit dilakukan agar mendapatkan zeolit yang siap olah. Tahap ini meliputi pengecilan ukuran dan pengayakan. Tahapan ini dapat menggunakan mesin secara keseluruhan atau dengan cara sedikit konvensional.
2. Tahap Aktivasi. Tahapan aktivasi dapat dilakukan dengan 2 cara yaitu sebagai berikut:
 - a. Aktivasi pemanasan, hasil preparasi zeolit tahap pertama dikeringkan dalam pengering putar dengan suhu tetap 230°C dan waktu pemanasan selama 3 jam. Proses ini bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap di dalam pori-pori kristal zeolit, sehingga luas permukaannya bertambah.
 - b. Penambahan pereaksi kimia, dilakukan di dalam pengaktifan dengan basa (NaOH) atau asam (HCl), dimaksudkan untuk membersihkan permukaan pori,

membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan. Proses aktivasi zeolit dengan perlakuan asam HCl pada konsentrasi 0,1 N hingga 11 N menyebabkan zeolit mengalami dealuminasi yaitu keluarnya Al dan kation-kation dalam kerangka zeolit. Aktivasi asam juga menyebabkan terjadinya dekationisasi yang akan menyebabkan bertambahnya luas permukaan zeolit karena berkurangnya pengotor yang menutupi pori-pori zeolit. Zeolit yang telah diaktivasi perlu dikeringkan terlebih dahulu, pengeringan dapat dilakukan dengan penjemuran dibawah sinar matahari atau didiamkan dalam desikator. Dalam penelitian ini aktivasi dilakukan dengan pemanasan (kalsinasi) pada suhu 400°C selama 1 jam untuk mengusir gugus O-H keluar dari kerangka zeolit.

Proses hidrotermal. Pemanasan dengan menggunakan hidrotermal melibatkan air dan panas, dimana larutan prekursor di panaskan pada temperatur relatif tinggi ($\pm 100^{\circ}\text{C}$) dalam wadah tertutup. Keadaan tersebut dimaksudkan agar terjadi kesetimbangan antara uap air dan larutan. Wadah yang tertutup menjadikan uap air tidak akan keluar, sehingga tidak ada bagian dari larutan yang hilang dan komposisi larutan prekursor tetap terjaga. Hidrotermal merupakan proses kristalisasi dalam sintesis zeolit, proses ini dapat dipengaruhi oleh berbagai faktor yaitu: (1) komposisi larutan, yang terdiri dari $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $[\text{OH}^-]$, kation organik dan anorganik, anion (selain $[\text{OH}^-]$) $[\text{H}_2\text{O}]$. (2) Waktu kristalisasi. (3) Suhu kristalisasi. (4) Beberapa faktor Pengadukan, misalnya senyawa tambahan, jenis pengaduk, dan tipe arah pengadukan (Kurniawati, 2010: 13).

D. Surfaktan

Surfaktan (*surface active agent*) adalah suatu zat yang teradsorpsi pada antarmuka atau permukaan dan dapat merubah sifat antarmuka, misalnya tegangan permukaan, sifat pembasahan, daya bersih, daya dispersi dan lain-lain.

Molekul surfaktan memiliki gugus hidrofobik (tidak suka akan pelarutnya) dan gugus hidrofilik (suka akan pelarutnya). Gugus hidrofobik pada umumnya hidrokarbon yang terdiri dari 8 sampai dengan 22 atom C, sedangkan gugus hidrofiliknya terdiri atas gugus karboksilat, sulfonat, sulfat, garam ammonium kuarterner dan polioksitilen (Iskandar, 2008: 26).

Menurut Iskandar (2008: 27-28), klasifikasi surfaktan yang paling sering digunakan adalah berdasarkan gugus hidrofiliknya, digolongkan sebagai berikut :

- a. Surfaktan anionik, yaitu surfaktan dengan bagian aktif permukaannya membawa muatan negatif. Surfaktan yang termasuk golongan ini adalah garam-garam alkali dari asam karboksilat organik dengan panjang rantai biasanya antara C_{12} hingga C_{18} , alkil sulfat dan alkil atau alkil aril sulfonat. Contohnya: *Sodium dodecyl benzene sulfonate* (SDBS), $CH_3(CH_2)_{11}OSO_3Na$, Natrium stearat, $CH_3(CH_2)_{16}COO^- Na^+$, Natrium Oleat, $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_7COO^- Na^+$.
- b. Surfaktan kationik, yaitu surfaktan dengan bagian aktif permukaannya membawa muatan positif. Surfaktan yang termasuk golongan ini adalah garam-garam amina atau diamin, garam ammonium kuarterner dan garam-garam amina siklik. Contohnya: Dodesilamin Hidroklorida, $CH_3(CH_2)_{11}NH_3^+Cl^-$ Dodesiltrimetil Ammonium Bromida, $CH_3(CH_2)_{15}N(CH_3)_3^+Br^-$.
- c. Surfaktan amfoter, yaitu surfaktan yang mengandung muatan positif maupun negatif pada bagian permukaannya, tergantung pada pH larutan. Pada pH di bawah 7, surfaktan ini bersifat kationik, sedangkan pada pH di atas 7 surfaktan ini bersifat anionik. Contohnya: Dodesil Betain, $CH_3(CH_2)_{11}NHCH_2CH_2COOH$

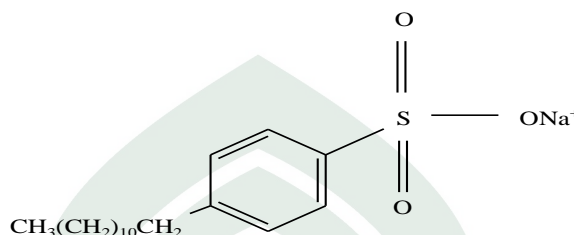
- d. Surfaktan non ionik, yaitu surfaktan dengan bagian aktif permukaannya tidak membawa muatan (tidak terionisasi di dalam larutan). Molekul surfaktan ini dapat larut karena mempunyai rantai hidrokarbon yang berikatan dengan gugus polar non ionik. Surfaktan yang termasuk dalam golongan ini adalah ester dari polialkohol, kondensat etilen oksida dari alkohol rantai panjang seperti oleil atau asetil alkohol maupun kondensat etilen oksida dari asam lemak. Contohnya: *Tergitol*, $C_{15}POE_{40}$, $C_9H_{19}C_6H_4O(CH_2-CH_2O)_4OH$ Poliostilen lauril eter, $C_{12}H_{25}O(C_2H_4O)_8H$.

Surfaktan berada bebas dalam larutan bila konsentrasi surfaktan dalam larutan rendah. Tetapi jika konsentrasi surfaktan dalam larutan tinggi hingga mencapai keadaan dimana gugus-gugus hidrofob surfaktan saling bertemu membentuk agregat, maka surfaktan tersebut berada dalam bentuk misel. Konsentrasi surfaktan ketika mulai membentuk misel disebut *Critical Micelle Concentration* (CMC) (Iskandar, 2008: 28).

E. Sodiumdodecyl Benzene Sulfonate (SDBS)

Sodiumdodecyl Benzene Sulfonate (SDBS) adalah surfaktan anionik yang banyak terdapat dalam produk sabun dan detergen. Surfaktan anionik merupakan surfaktan yang tergolong murah dan termasuk dalam golongan surfaktan Linear Alkylbenzene Sulfonates (LAS). LAS adalah campuran kompleks dari rantai utama dengan panjang rantai alkil yang berbeda (C_{10} hingga C_{13} atau C_{14}) dan isomer posisi fenil dari 2 hingga 5-fenil dalam porsi yang dikendalikan material mula-mula dan kondisi reaksi, masing-masing mengandung cincin aromatik tersulfonasi pada posisi *para* dan terikat pada rantai alkil linear pada posisi manapun dengan pengecualian `terminal satu (1-fenil). Sifat fisika dan kimia LAS berbeda dari rantai alkil linear biasa, menghasilkan formulasi untuk banyak

aplikasi produk. LAS diproduksi dengan sulfonasi Lauril alkil benzene (LAB) dengan minyak *oleum* dalam reactor *batch*. Reagen alternative lain untuk reaksi sulfonasi adalah asam sulfat, larutan trioksida sulfat dan asam klorosulfonat (Iskandar, 2008: 29).



Gambar 2.4 Struktur *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS)
(Sumber: Iskandar, 2008)

LAS kemudian dinetralkan menjadi garam (sodium, ammonium, kalsium, potassium dan garam trietanolamin). LAS ini banyak digunakan untuk memproduksi detergen rumah tangga, meliputi bubuk laundry, cairan laundry, cairan pencuci piring dan pembersih rumah tangga lainnya sama juga banyaknya seperti pada penggunaan di industri sebagai agen kopling dan emulsifier untuk herbisida pertanian dan pada polimerisasi emulsi (Iskandar, 2008: 29-30).

F. Adsorpsi

Adsorpsi adalah suatu proses penyerapan komponen-komponen tertentu dari fasa cair ke permukaan fasa padat yang menyerapnya. Molekul-molekul yang ada dalam fasa padat mendapat gaya-gaya yang sama dari segala arah, sedangkan molekul-molekul pada permukaannya mendapat gaya yang tidak sama sehingga untuk mengimbangi gaya-gaya bagian dalam, fasa gas atau cair menjadi tertarik ke permukaan. Gaya yang relatif lemah ini disebut gaya Van der Waals. Dalam proses adsorpsi, zat yang tertarik oleh permukaan zat padat disebut adsorbat, sedangkan zat penyerap adsorbat disebut adsorben. Berdasarkan jenis ikatan yang terdapat antara bahan yang diadsorpsi dengan adsorbennya, maka adsorpsi dibagi

menjadi dua macam, yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia (Sya'ban, 2010: 27-28).

Adsorpsi fisika terdapat interaksi gaya Van der Waals antara adsorbat dan adsorben dengan jarak jauh, lemah, dan energi yang dilepaskan jika partikel terfisisorpsi mempunyai orde besaran yang sama dengan entalpi kondensasi. Entalpi yang kecil ini tidak cukup untuk menghasilkan pemutusan ikatan, sehingga molekul yang terfisisorpsi tetap mempertahankan identitasnya, walaupun molekul itu dapat terdistorsi dengan adanya permukaan. Adsorpsi fisika umumnya terjadi pada temperatur rendah dan dengan bertambahnya temperatur jumlah adsorpsi berkurang dengan mencolok. Panas adsorpsi yang menyertai adsorpsi fisika adalah rendah yaitu kurang dari $20,92 \text{ kJ.mol}^{-1}$ (Sya'ban, 2010: 28).

Adsorpsi kimia (*chemisorption*), dalam hal ini partikel melekat pada permukaan dengan membentuk ikatan kimia (kovalen), dan cenderung mencari tempat yang memaksimumkan bilangan koordinasinya dengan adsorben. Molekul yang terkimisorpsi, dapat terpisah karena tuntutan valensi atom permukaan, sebagai hasil kimisorpsi. Pada adsorpsi kimia, molekul-molekul yang teradsorpsi pada permukaan bereaksi secara kimia. Karena terjadi pemutusan ikatan, maka panas adsorpsinya mempunyai kisaran yang sama seperti reaksi kimia, yaitu di atas $20,92 \text{ kJ.mol}^{-1}$ (Sya'ban, 2010: 28).

Menurut Sya'ban (2010: 28), mekanisme adsorpsi dapat digambarkan sebagai proses dimana molekul meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan zat adsorben. Pada proses adsorpsi terbagi menjadi 4 tahap yaitu :

1. Transfer molekul-molekul zat terlarut yang teradsorpsi menuju lapisan film yang mengelilingi adsorben.
2. Difusi zat terlarut yang teradsorpsi melalui lapisan film (*film diffusion process*).

3. Difusi zat terlarut yang teradsorpsi melalui kapiler/pori dalam adsorben (*pore diffusion process*).
4. Adsorpsi zat terlarut yang teradsorpsi pada dinding pori atau permukaan adsorben (proses adsorpsi sebenarnya)

Metode sorpsi dapat dilakukan dengan dua cara yaitu statis (batch) dan dinamis (kolom). Cara statis yaitu ke dalam wadah yang berisi sorben dimasukkan larutan yang mengandung komponen yang ingin diserap, selanjutnya dalam waktu tertentu diaduk untuk memberikan kesempatan penyerapan oleh karbon aktif, kemudian dipisahkan dengan cara penyaringan atau dekantasi. Komponen yang telah terikat pada sorben dilepaskan kembali dengan melarutkan sorben dalam pelarut tertentu dan volumenya lebih kecil dari volume larutan awal. Cara dinamis (kolom) yaitu ke dalam kolom yang telah diisi dengan sorben dilewatkan larutan yang mengandung komponen tertentu. Selanjutnya komponen yang telah terserap dilepaskan kembali dengan mengalirkan pelarut (eluen) yang sesuai (Sya'ban, 2010: 28-29).

Menurut Kurniawati (2010: 31-32), Kecepatan adsorpsi sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain:

1. Konsentrasi: proses adsorpsi sangat sesuai untuk memisahkan bahan dengan konsentrasi yang rendah dari campuran yang mengandung bahan lain dengan konsentrasi tinggi.
2. Luas permukaan: proses adsorpsi tergantung pada banyaknya tumbukan yang terjadi antara partikel-partikel adsorbat dan adsorben.
3. Suhu: adsorpsi akan lebih cepat berlangsung pada suhu tinggi.
4. Ukuran partikel: semakin kecil ukuran partikel yang diadsorpsi maka proses adsorpsinya akan berlangsung lebih cepat.

5. pH: mempunyai pengaruh dalam proses adsorpsi. pH optimum dari suatu proses adsorpsi ditetapkan melalui uji laboratorium.
6. Waktu kontak: waktu untuk mencapai keadaan seimbang pada proses serapan ion logam oleh adsorben berkisar antara beberapa menit hingga jam.

Isoterm adsorpsi merupakan hal yang mendasar dalam menentukan kapasitas adsorpsi suatu adsorbat pada permukaan adsorben. Jumlah mol adsorbat yang teradsorpsi pada setiap gram adsorben (m) umumnya merupakan fungsi dari konsentrasi kesetimbangan adsorbat (C) dan suhu sistem (T), sehingga pada suhu konstan, fungsi isotherm adsorpsi dapat ditulis sebagai berikut : $m = f TC$. Ada banyak bentuk fungsi isotherm adsorpsi yang telah diusulkan baik yang melalui pengamatan empiris maupun yang dikembangkan melalui pemodelan, salah satu diantaranya yang paling sering digunakan adalah persamaan adsorpsi Langmuir (Sya'ban, 2010: 32-33).

Model isotherm adsorpsi Langmuir mengasumsikan bahwa permukaan adsorben terdiri atas situs adsorpsi di mana semua adsorbat hanya teradsorpsi pada situs aktif dan tidak terjadi interaksi antar adsorbat, sehingga yang terbentuk adalah lapisan adsorpsi monomolekuler di mana jumlah molekul yang teradsorpsi tidak akan melebihi jumlah situs aktif. Model ini dapat dinyatakan dalam persamaan :

$$m = \frac{bKC}{1+KC}$$

Dimana, m = Jumlah zat yang teradsorpsi per satuan massa adsorben (mg/g)

C = Konsentrasi zat terlarut pada kesetimbangan (mol/L)

K = Tetapan empiris yang tergantung pada sifat dan jenis adsorben serta suhu

b = Kapasitas adsorpsi maksimum (mg/g)

(Wulan, 2014: 34).

Untuk rentang konsentrasi yang kecil dan campuran yang cair, isotherm adsorpsi dapat digambarkan dengan persamaan empirik yang dikemukakan oleh Freundlich. Isoterm ini berdasarkan asumsi bahwa adsorben mempunyai permukaan yang heterogen dan tiap molekul mempunyai potensi penyerapan yang berbeda-beda. Persamaan ini merupakan persamaan yang paling banyak digunakan saat ini. Persamaannya adalah sebagai berikut :

$$x/m = KC^{1/n}$$

dimana, x = banyaknya zat terlarut yang teradsorpsi (mg)

m = massa dari adsorben (g)

C = konsentrasi dari adsorbat yang tersisa dalam kesetimbangan (mol/L)

k dan n = konstanta adsorben

Apabila data dialurkan sebagai log x/m terhadap C maka akan diperoleh grafik yang berupa garis lurus dengan kemiringan $1/n$ dan titik perpotongan kurva terhadap ordinat log K, dengan demikian harga n diperoleh dari slope dan harga K diperoleh dari intersep (Wulan, 2014: 34).

G. Logam Timbal (Pb)

Logam berasal dari kerak bumi yang berupa bahan-bahan murni, organik dan anorganik. Logam merupakan bahan pertama yang dikenal oleh manusia dan digunakan sebagai alat-alat yang berperanan penting dalam sejarah peradaban manusia. Logam mula-mula diambil dari pertambangan di bawah tanah (kerak bumi), yang kemudian dicairkan dan dimurnikan dalam pabrik menjadi logam-logam murni. Secara alami siklus perputaran logam adalah dari kerak bumi kemudian kemudian ke lapisan tanah, kemudian ke makhluk hidup (tanaman, hewan dan manusia), ke dalam air, mengendap dan akhirnya kembali ke kerak bumi. Logam itu sendiri dalam kerak bumi dibagi menjadi logam makro dan

logam mikro, dimana logam makro ditemukan lebih dari 1.000 mg/kg dan logam mikro dalam jumlahnya kurang dari 500 mg/kg (Darmono, 1995: 1).

Logam berat dapat masuk ke dalam tubuh makhluk hidup melalui makanan, air minum, dan udara pernafasan. Logam berat berbahaya karena cenderung terakumulasi di dalam tubuh makhluk hidup. Laju akumulasi logam-logam berat ini di dalam tubuh pada banyak kasus lebih cepat dari kemampuan tubuh untuk membuangnya. Akibatnya keberadaannya di dalam tubuh semakin tinggi, dan dari waktu ke waktu memberikan dampak yang makin merusak. Ada beberapa unsur logam yang termasuk elemen mikro merupakan logam berat yang tidak mempunyai fungsi biologis sama sekali. Logam tersebut bahkan sangat berbahaya dan dapat menyebabkan keracunan pada organisme, yaitu timbal (Pb), merkuri (Hg), arsen (As), kadmium (Cd) dan aluminium (Al). Logam berat yang digunakan dalam penelitian ini adalah logam timbal (Pb) (Ernawan, 2010: 10).

Timbal (Pb) merupakan logam yang banyak dimanfaatkan oleh manusia sehingga logam ini juga menimbulkan dampak kontaminasi terhadap lingkungan. Kondisi perairan yang terkontaminasi oleh berbagai macam logam seperti logam timbal (Pb) akan berpengaruh nyata terhadap ekosistem perairan baik perairan darat maupun perairan laut (Wulandari, 2012: 2).



Gambar 2.6 Logam Timbal (Pb)

Penggunaan timbal (Pb) dalam jumlah yang paling besar adalah untuk bahan produksi baterai pada kendaraan bermotor. Elektroda dari aki (baterai)

biasanya mengandung 93% Pb dan 7% Sb (antimoni). Pb ini sangat baik untuk merangsang arus listrik yang dalam katoda ini Pb berbentuk PbO_2 dan Pb logam. Produksi logam-logam lainnya biasanya juga mengandung Pb seperti amunisi, kabel dan solder. Solder biasanya mengandung 50-95% Pb. Logam Pb juga digunakan dalam industri percetakan (tinta). Timbal (Pb) memiliki titik lebur yang rendah sehingga bagus digunakan untuk sekering dan alat listrik lainnya (Darmono, 1995: 56).

Menurut Palar (2008: 75), sifat-sifat khusus logam timbal atau Pb yaitu sebagai berikut:

1. Merupakan logam yang lunak, sehingga dapat dipotong dengan menggunakan pisau atau dengan tangan dan dapat dibentuk dengan mudah.
2. Merupakan logam yang tahan terhadap peristiwa korosi atau karat, sehingga logam ini sering digunakan sebagai bahan *coating*.
3. Mempunyai titik lebur rendah, hanya $327,5^{\circ}C$.
4. Mempunyai kerapian yang lebih besar dibandingkan dengan logam-logam biasa, kecuali emas dan merkuri.
5. Merupakan penghantar listrik yang tidak baik.

Pb (timah hitam / timbal) dan persenyawaannya dapat berada di dalam badan perairan secara alamiah dan sebagai dampak dari aktivitas manusia. Secara alamiah, Pb dapat masuk ke dalam perairan melalui pengkristalan Pb di udara dan bantuan air hujan. Di samping itu, proses korosifikasi dari bantuan mineral akibat hempasan gelombang dan angin, juga merupakan salah satu jalur sumber Pb yang akan masuk ke dalam badan perairan (Palar, 2008: 81).

Timbal (Pb) dapat menyebabkan pencemaran, salah satu contoh pencemaran logam Pb adalah pada air yang dapat menurunkan kualitas air.

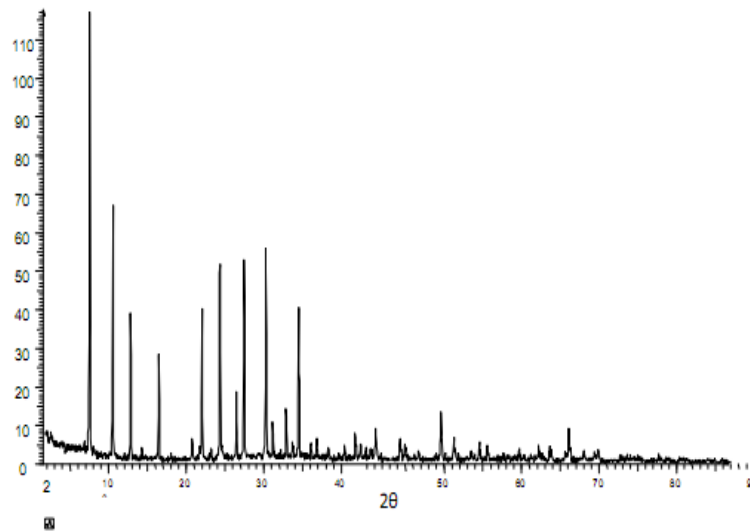
Penurunan kualitas air diakibatkan oleh adanya zat pencemar, baik berupa komponen-komponen organik maupun anorganik. Komponen-komponen anorganik, diantaranya adalah logam berat yang berbahaya. Beberapa logam berat tersebut banyak digunakan dalam berbagai keperluan sehari-hari, oleh karena itu diproduksi secara rutin dalam skala industri. Penggunaan logam-logam berat tersebut dalam berbagai keperluan sehari-hari, baik secara langsung maupun tidak langsung, atau sengaja maupun tidak sengaja, telah mencemari lingkungan. Beberapa logam berat yang berbahaya dan sering mencemari lingkungan terutama adalah merkuri (Hg), timbal/timah hitam (Pb), arsenik (As), tembaga (Cu), kadmium (Cd), khromium (Cr), dan nikel (Ni). Logam-logam berat tersebut diketahui dapat mengumpul di dalam tubuh organisme, dan tetap tinggal dalam tubuh dalam jangka waktu lama sebagai racun yang terakumulasi (Siaka, 2008: 62).

H. Difraksi Sinar-X (X-Ray Diffraction)

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X (mempunyai $\lambda = 0,5-2,5 \text{ \AA}$ dan energi $\pm 10^7 \text{ eV}$), yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Dasar metode ini adalah adanya kekhasan jarak antara bidang kristal (d) pada setiap kristal yang berbeda. Metode difraksi sinar X diaplikasikan dalam penentuan bentuk geometrid dan ukuran kristal tunggal, penentuan kemurnian hasil sintesis, identifikasi kristal, pengindeksan bidang kristal, penentuan jumlah atom per sel satuan, deteksi senyawa baru, penentuan kemurnian hasil sintesis dan sebagainya (Kurniawati, 2010: 47).

Prinsip kerja difraksi sinar-X adalah sinar X dihasilkan dari tabung sinar X yang terjadi akibat adanya tumbukan elektron-elektron yang bergerak sangat cepat dan mengenai logam sasaran. Elektron ini membawa energi foton yang

cukup untuk mengionisasi sebagian elektron di kulit K (1s), sehingga elektron yang berada pada orbital kulit terluar akan berpindah dan mengisi orbital 1s dengan memancarkan sejumlah energi berupa sinar-X. Radiasi yang dihasilkan orbital K ke orbital lain disebut sinar_X deret K, dimana K1 adalah eksitasi elektron ke kulit . K2 adalah eksitasi ke kulit M. Demikian juga untuk K3 dan seterusnya (Bahri, 2015: 19).



Gambar 2.5 Contoh Hasil Analis XRD Zeolit
(Sumber: Fuadi, dkk., 2014)

Struktur kristal zeolit merupakan salah satu karakteristik penting dari zeolit. Struktur tersebut dapat dianalisis menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Gambar 2.V di atas menunjukkan contoh hasil analisis XRD zeolit. Difraktogram pada gambar tersebut menunjukkan bahwa sampel zeolit memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi. Hal ini Nampak puncak-puncak yang jelas dan intensitas ketajaman puncaknya yang tinggi (Fuadi, dkk., 2012: 56).

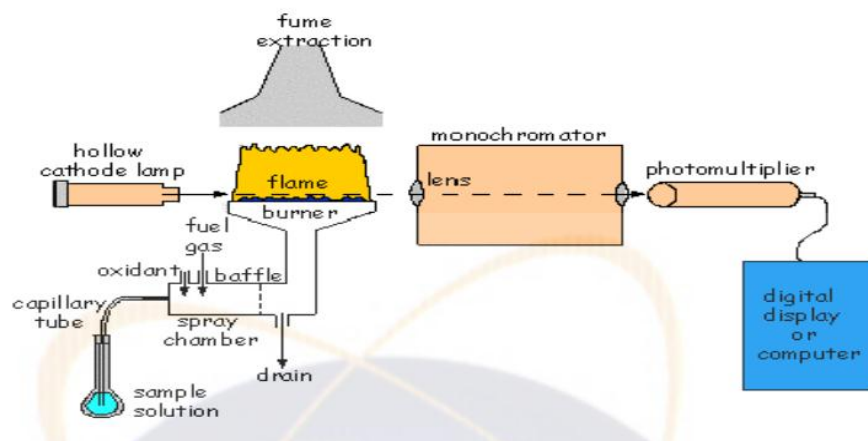
Zeolit apabila dalam bentuk kristalnya memperlihatkan spektrum yang runcing menandakan bahwa susunannya lebih teratur. Sedangkan apabila masih

dalam bentuk amorf spektrum akan terlihat melebar dan jika terdapat puncak-puncak kecil dalam spektrum menunjukkan adanya pengotor (Ma'rifat, dkk., 2014: 75).

I. *Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)*

Tahun 1955, Allan Walsh memperkenalkan spektrofotometer serapan atom (SSA) atau disebut juga *atomic absorption spectroscopy* (AAS) dan saat ini terbukti sebagai salah satu teknik instrumental yang paling terkenal dalam analisis *armamentarium* (analisis untuk kepentingan praktisi medis). Metode ini digunakan secara intensif dan ekstensif dalam pelaksanaan penentuan kadar logam (kuantitatif) walaupun konsentrasinya kecil dalam beragam cairan (Hamzah, 2013: 87).

Prinsip dasar spektroskopis serapan atom (SSA) adalah penyerapan energi secara eksklusif oleh atom dalam keadaan dasar dan berada dalam bentuk gas. Sebuah logam yang terdiri dari spesi logam tertentu ketika disedot ke dalam nyala maka akan berubah menjadi uap sesuai dengan spesi logam. Beberapa atom logam akan naik langsung ketingkat energi eksitasi sedemikian rupa untuk memancarkan radiasi logam tertentu (Hamzah, 2013: 88).



Gambar 2.7 Diagram Alir SSA
(Sumber: Sya'ban, 2010)

Menurut Sya'ban (2010: 29), bagian-bagian dari SSA yaitu sebagai berikut:

1. Lampu HCL (*Hollow Chatode Lamp*)

Lampu ini merupakan sumber radiasi dengan spektra yang tajam dan mengemisikan gelombang monokromatis. Lampu ini terdiri dari katoda cekung yang silindris yang terbuat dari unsur yang akan ditentukan atau paduannya (alloy) dan anoda yang terbuat dari tungsten.

2. Burner

Burner merupakan bagian paling terpenting di dalam main unit, karena burner berfungsi sebagai tempat pencampuran gas asetilen dan aquades agar tercampur merata dan dapat terbakar pada pemantik api secara baik dan merata.

3. Monokromator

Monokromator atau sistem pemilih panjang gelombang berfungsi untuk memisahkan radiasi yang tidak diserap oleh populasi atom (yang berasal dari lampu katoda cekung) dari radiasi-radiasi lain yang tidak diperlukan dan akan mengganggu pengukuran intensitas radiasi yang diperlukan.

4. Detektor

Detektor berfungsi untuk mendeteksi radiasi gelombang elektromagnetik yang akan diukur dengan mengubahnya menjadi arus listrik untuk dapat diukur. Detektor ini terdiri dari tabung pelipat ganda foton (*photon multiplier tube*).

5. Komputer

Komputer ini digunakan untuk mengolah dan mencatat data yang dihasilkan oleh detektor menjadi besaran daya serap atom transmisi yang selanjutnya diubah menjadi besaran konsentrasi. Setelah itu dicatat hasilnya dengan alat pencatat simpanan (*display*) rekorder ataupun mesin pencatat (printer).

Menurut Hamzah (2013: 90), keunggulan spektroskopis serapan atom (SSA) yaitu sebagai berikut:

1. Sangat sensitif dan selektif sebab hanya atom-atom dari unsur tertentu dapat mengabsorpsi radiasi sesuai dengan karakteristik panjang gelombangnya.
2. Jumlah atom logam relatif banyak yang dapat diadsorpsi tanpa ada pengaruh efek variasi nyala-suhu.

Menurut Hamsah (2013: 91), kekurangan dari spektroskopis serapan atom (SSA) yaitu sebagai berikut:

1. Membutuhkan lampu khusus untuk setiap unsur yang akan ditentukan. Kekurangan ini biasanya diatasi baik dengan menggunakan sumber sinar diskret yang terhubung dengan nyala api atau dengan menggunakan sumber sinar kontinu yang terhubung dengan monokromator dengan resolusi sangat tinggi.
2. Tidak dapat digunakan secara efektif untuk unsur yang menghasilkan oksida bila terkena nyala, misalnya: Al, Mo, Si, Ti, W dan V. Namun demikian, kekurangan ini dapat dikurangi bila pengukuran dapat dilakukan dengan memodifikasi parameter eksperimental yang sesuai.

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juni sampai bulan Agustus 2017 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumen serta Laboratorium Peternakan pada Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Alauddin Makassar dan Laboratorium FMIPA, Universitas Hasanuddin.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain alat-alat gelas, *furnace*, autoklaf stainless-steel, Shaker merk *Thermo Scientific MAXQ 2000*, neraca analitik, oven merk sharp, pemanas listrik, *magnetic stirrer*, *Atomic Absorption Spektrofotometer* (AAS) Varian AA240FS, XRD Shimadzu XRD-7000.

2. Bahan

Bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah abu sekam padi, aquadest (H_2O), aluminium hidroksida ($Al_2(OH)_3$), asam klorida (HCl), kertas saring biasa, kertas saring watchman no. 42, timbal nitrat ($Pb(NO_3)_2$), natrium hidroksida (NaOH) dan *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS).

C. Prosedur Kerja

1. Preparasi Abu Sekam Padi

Sekam padi dibersihkan dari pengotor-pengotor kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari dan di dalam oven pada suhu $105^{\circ}C$ selama 2 jam. Sekam padi diabukan dalam *furnace* pada suhu $600^{\circ}C$ selama 4 jam. Abu sekam padi

diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Abu sekam padi kemudian ditimbang sebanyak 60 gram, dicampurkan dengan 250 mL asam klorida (HCl) 2 M dan direndam selama 4 jam kemudian disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral. Padatan yang dihasilkan kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C selama 8 jam (Jumaeri, 2015).

2. Pembuatan Natrium Silikat (Na_2SiO_2)

Abu sekam padi sebanyak 30,003 gram ditambah dengan 300 mL natrium hidroksida (NaOH) 6 M, kemudian campuran dipanaskan pada suhu 80°C selama 2 jam. Selanjutnya larutan disaring sehingga diperoleh larutan natrium silikat (Jumaeri, 2015).

3. Pembuatan Natrium Aluminat (NaAl_2O_3)

Natrium hidroksida (NaOH) sebanyak 36,03 gram dilarutkan dalam 300 mL aquades dan dipanaskan kemudian ditambahkan 15 gram $\text{Al}(\text{OH})_3$ sedikit demi sedikit sambil dilakukan pengadukan. Sehingga terbentuk larutan natrium aluminat (Jumaeri, 2015).

4. Pembuatan Zeolit

Natrium silikat (Na_2SiO_2) dipipet sebanyak 50 mL ke dalam erlenmeyer 250 mL kemudian ditambahkan larutan Natrium Aluminat (NaAl_2O_3) sebanyak 50 mL (ZS1). Mengulangi langkah yang sama dengan penambahan larutan SDBS 0,25 M (ZS2) dan 0,5 M (ZS3). Campuran diaduk selama 4 jam sampai terbentuk gel berwarna putih. Gel yang terbentuk kemudian dimasukkan ke dalam oven selama 2 jam dengan suhu 120 °C lalu dimasukkan ke dalam autoklaf selama 2 jam dengan suhu 120 °C. Padatan yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 5 jam. Kemudian zeolit dikarakterisasi untuk mengetahui jenis dan kandungan mineral terdapat didalamnya dengan menggunakan alat XRD (Warsito, dkk., 2008).

5. Pembuatan larutan induk Pb^{2+} 1000 ppm sebanyak 1000 mL

Sebanyak 1,599 gram padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ditimbang dan dilarutkan ke dalam gelas kimia 250 mL, kemudian dilarutkan dengan HNO_3 1% kemudian himpitkan dalam labu takar 1000 mL sampai tanda batas miniskus dengan aquadest (perhitungan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang ditimbang dapat dilihat pada lampiran 2 bagian B).

6. Pembuatan larutan baku Pb^{2+} 100 ppm sebanyak 100 mL

Sebanyak 10 mL larutan induk Pb 1000 ppm dipipet ke dalam labu takar 100 mL kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda batas miniskus.

7. Pembuatan larutan standar Pb^{2+} 1; 2; 3; 4 dan 5 ppm sebanyak 100 mL

Pembuatan larutan standar dilakukan dengan cara memipet larutan baku Pb^{2+} 100 ppm masing-masing sebanyak 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL dan 5 mL ke dalam labu takar 100 mL kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda batas miniskus.

8. Pembuatan larutan Pb^{2+} 20 ppm sebanyak 250 mL

Pembuatan larutan sampel dilakukan dengan memipet 10 mL larutan baku 100 ppm ke dalam labu takar 50 mL, kemudian tambahkan aquadest sampai batas miniskus.

9. Uji adsorbtivitas zeolit terhadap logam timbal

Sebanyak 50 mL larutan Pb 20 ppm, dipipet ke dalam Erlenmeyer 250 mL kemudian ditambahkan zeolit sintetis dengan massa 0,5 gram lalu di *magnetic stirrer* selama 40 menit. Larutan didekantasi dan diambil filtratnya untuk diukur absorbansinya dengan spektroskopi serapan atom (SSA) (Kristiyani, 2012).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan dua tahap yaitu tahap pertama sintesis zeolit dari abu sekam padi tanpa-SDBS, penambahan surfaktan SDBS dengan konsentrasi 0,25 M dan 0,5 M dan tahap kedua uji adsorbtivitas zeolit sintesis dalam menyerap ion logam Pb. Sebelum melakukan sintesis zeolit maka terlebih dahulu menganalisis kandungan silika yang terdapat dalam abu sekam padi menggunakan XRF.

1. Analisis XRF abu sekam padi

Tabel 4.1 Hasil analisis XRF Abu sekam padi

No	Komponen	(%berat)
1.	SiO ₂	97,94
2.	K ₂ O	1.16
3.	MnO	0,332
4.	P ₂ O ₅	0,206
5.	Cl	0,202
6.	Fe ₂ O ₃	0,088
7.	TiO ₂	0,0248
8	ZnO	0,0142
9.	BaO	0,0107

2. Sintesis zeolit dari abu sekam padi

Zeolit yang telah dibuat dianalisis jenis mineral dan bentuk kristal penyusunnya dengan menggunakan XRD.

Tabel 4.2 Hasil analisis zeolit sintetis dari abu sekam padi

No	Jenis Mineral	Kadar (%)			Bentuk Kristal
		ZS1	ZS2	ZS3	
1.	Sianida sodalit	62,6	25,6	-	Kubik
2.	Sursassite	15,7	-	-	Monoklinik
3.	Kalsium stromsium silikat	12,5	-	-	Ortorombik
4.	Sodalit	9,2	28,8	13,4	Kubik
5.	Zeolit L	-	28,1	28,8	Heksagonal
6.	Dehidrat Ca.A Zeolit	-	9,4	-	Kubik
7.	Zeolit (K,Ba) G,L	-	8,1	12,5	Heksagonal
8.	Tugtupite	-	-	24,8	Heksagonal
9.	Tetrasodium trialuminium	-	-	20,5	Kubik
	tris(silikat) klorida sodalit				

Keterangan :

ZS1 : zeolit sintesis-tanpa SDBS

ZS2 ; zeolit sintesis-SDBS 0,25 M

ZS3 : zeolit sintesis-SDBS 0,5 M

Pada Tabel 4.1 di atas dapat dilihat bahwa mineral yang dominan pada zeolit sintesis-tanpa SDBS adalah senyawa zeolit berupa sianida sodalit dan sodalit dengan kadar 62,6%, 9,2% dan didominasi oleh senyawa alumino silikat berupa sursassite dan kalsium stromsium silikat dengan kadar 15,7; 12,5%. Sintesis zeolit-SDBS 0,25 M menunjukkan bahwa terdapat beberapa senyawa zeolit yang ada dalam sampel berupa sodalit dengan kadar 28,8%, zeolit L dengan

kadar 28,1%, sianida sodalit dengan kadar 25,6%, dehidrat Ca-A Zeolit dengan kadar 9,4% dan zeolit (K,Ba)-G,L dengan kadar 8,1%. Sedangkan sintesis zeolit-SDBS 0,5 M menunjukkan bahwa terdapat mineral berupa zeolite L, tetrasodium trialuminium tris(silikat) klorida sodalit, sodalit, zeolit (K,Ba)-G,L dengan kadar 28,8%; 20,5%; 13,4%; 12,5% dan didominasi oleh senyawa alumino silikat berupa tugtupite dengan kadar 24,8%.

3. Adsorbtivitas zeolit sintesis

Uji adsorbtivitas zeolit sintesis terhadap logam Pb menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA).

Tabel 4.3 Adsorbtivitas zeolit sintesis terhadap logam timbal

Kode	Konsentrasi (ppm)			Kapasitas adsorpsi (mg/g)	Efisiensi Penyerapan (%)
	Pb awal	Pb akhir	Pb teradsorpsi		
ZS1	20	0,106	19,9982	1,9894	99,47
ZS2	20	0,8434	19,9909	1,91566	95,78
ZS3	20	1,0656	19,9887	1,89344	94,67

Keterangan :

ZS1 : zeolit sintesis-tanpa SDBS

ZS2 ; zeolit sintesis-SDBS 0,25 M

ZS3 : zeolit sintesis-SDBS 0,5 M

Tabel 4.3 hasil adsorbtivitas zeolit sintesis terhadap logam Pb menunjukkan bahwa zeolit sintesis-tanpa SDBS (ZS1) dan zeolit dengan penambahan SDBS (ZS2; ZS3) mampu mengadsorpsi logam timbal (Pb) dengan tingkat efisiensi sebesar 99,47%, 95,78%, 94,67% pada sampel yang dibuat secara simulasi dengan konsentrasi awal sebesar 20 ppm sebanyak 50 mL dengan massa

adsorben sebanyak 0,5 gram (perhitungan adsorbtivitas zeolit sintesis dapat dilihat pada lampiran 3).

B. Pembahasan

1. Preparasi abu sekam padi

Sekam padi diperoleh dari Desa Sicini kec. Parigi Kab. Gowa. Sekam padi yang dibakar secara terkontrol akan menghasilkan abu sekam padi dengan kandungan silika yang tinggi yaitu 94-97%. Silika yang terdapat dalam abu sekam padi cukup tinggi sehingga dapat dijadikan sebagai sumber silika dalam pembuatan zeolit sintesis. Sebagaimana dijelaskan dalam firman Allah swt. dalam QS. Ar-Rahman/ 55: 10-13:

وَالْأَرْضَ وَضَعَهَا لِلْأَنَامِ ﴿١٠﴾ فِيهَا فَكِهَةٌ وَالنَّخْلُ ذَاتُ الْأَكْمَامِ ﴿١١﴾ وَالْحَبُّ ذُو الْعَصْفِ ﴿١٢﴾ وَالزَّيْتُونُ ﴿١٣﴾ فَبِأَيِّ آلَاءِ رَبِّكُمَا تُكَذِّبَانِ ﴿١٤﴾

Terjemahnya:

“Dan bumi telah dibentangkanNya untuk makhlukNya, di dalamnya ada buah-buahan dan pohon kurma yang mempunyai kelopak mayang, dan biji-bijian yang berkulit dan bunga-bunga yang harum baunya, Maka nikmat Tuhanmu yang manakah yang kamu dustakan?”.

Menurut tafsir Ibnu Katsir (2000: 620), yang menjelaskan mengenai bahwa “*Di bumi itu ada buah-buahan*” yang beraneka ragam warna, rasa dan aromanya, “*Dan pohon kurma yang mempunyai kelopak mayang*”. Allah swt. menyebutkan buah tersebut secara khusus karena kemuliaan dan manfaat kandungannya, baik ketika masih basah maupun telah kering. “*Dan biji-bijian yang berkulit*”, yakni kulit yang menutupinya. “*Maka, nikmat Rabb mu manakah yang kamu dustakan?*”. Dengan kata lain, nikmat-nikmat sudah sangat jelas bagi kalian sedangkan kalian bergelimang dengannya tanpa dapat mengingkari dan mendustakannya.

Ayat tersebut menjelaskan betapa Allah swt. sangat menyayangi makhluknya dan telah diberikannya segala kebutuhan seperti pohon dan buah-buahan untuk dinikmati sarinya dimanapun dia berada bagaikan di surga. Maka hendaklah kita (manusia) tidak menyianyiakannya baik buah maupun limbahnya melainkan untuk dimanfaatkan dengan sebaik-baiknya dalam hal ini limbah sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan zeolit yang bernilai positif.

Sekam padi tersebut dibersihkan dari pengotor-pengotornya dengan cara dicuci dengan air mengalir, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari serta dikeringkan menggunakan oven untuk menghilangkan kadar air dalam sekam padi. Sekam padi kemudian diaktivasi secara fisik dan kimia. Sekam padi diaktivasi secara fisik dilakukan dengan mengabukan di dalam furnace pada suhu 600°C selama empat jam sehingga diperoleh abu sekam padi dengan kandungan silika yang tinggi. Abu sekam padi lalu diayak dengan menggunakan ayakan 100 mesh yang berguna untuk menghomogenkan ukuran partikelnya, ukuran partikel sangat berpengaruh pada proses perendaman dengan asam klorida (HCl), ukuran yang terlalu kecil dapat mengakibatkan partikel yang terdapat dalam abu sekam padi larut dalam asam. Aktivasi secara kimia dilakukan dengan proses refluks abu sekam padi dengan asam klorida (HCl) dengan konsentrasi 2 M. Aktivasi menggunakan HCl 2M pada proses sintesis zeolit dapat meningkatkan kadar SiO_2 abu sekam padi (Jumaeri, 2011).

Perendaman atau proses refluks dengan asam klorida (HCl) berguna untuk melarutkan logam-logam alkali dan mengurangi kadar besi yang terkandung dalam abu sekam padi. Abu sekam padi kemudian direndam dengan asam klorida (HCl) selama 4 jam agar reaksinya dapat berlangsung secara sempurna dan

diharapkan kandungan besi dan logam-logam pengotor lainnya dapat larut dalam asam tersebut.

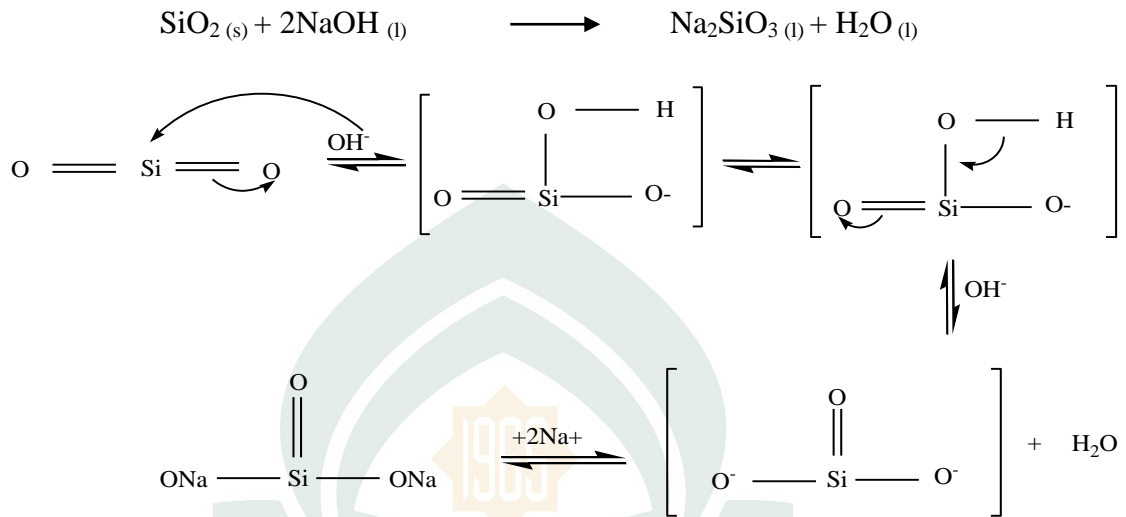
Kandungan abu sekam padi yang baik untuk dilanjutkan ke tahap sintesis adalah abu sekam padi yang memiliki kadar silika yang tinggi dan kadar besi yang rendah. Hal ini sesuai dengan hasil analisis XRF yaitu diperoleh kadar SiO_2 sebesar 97,94% dan kadar Fe_2O_3 sebesar 0,088%.

2. Sintesi Zeolit

Zeolit merupakan padatan kristal mikropori yang tersusun secara tetrahedral antara alumina (AlO_4) dan silika (SiO_4) membentuk kerangka struktur dan dikelilingi oleh logam-logam alkali dan alkali tanah yang dapat dipertukarkan dengan ion-ion logam berat (Putra, 2015: 19). Zeolit terbagi menjadi dua yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit alam adalah zeolit yang terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batuan-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam. Zeolit sintesis adalah zeolit yang dibuat secara khusus sehingga diperoleh karakter yang lebih baik dari zeolit alam. Zeolit alam memiliki beberapa kelemahan dibandingkan dengan zeolit sintesis yaitu mengandung banyak zat pengotor dan kristalinitas yang kurang bagus (Saputra, 2006).

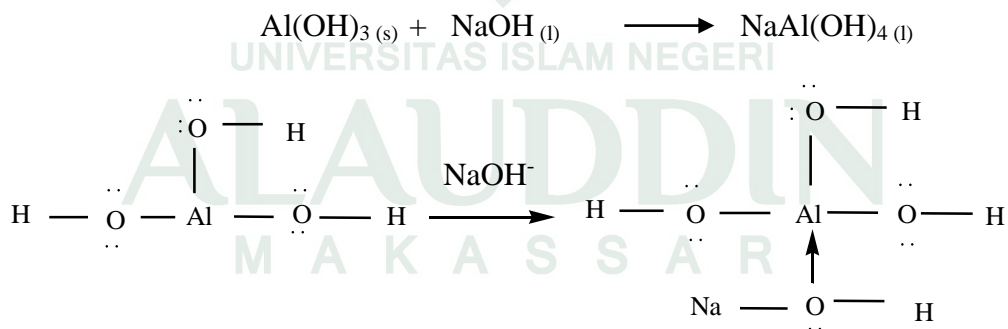
Sintesis zeolit dilakukan dengan beberapa tahap. Tahap pertama yaitu pembuatan natrium silikat dilakukan dengan melarutkan abu sekam padi dengan NaOH dengan konsentrasi 6 M yang kemudian dipanaskan pada suhu 90°C sehingga terbentuk larutan natrium silikat.

Natrium silikat merupakan sumber utama silika untuk sintesis zeolit yang reaksi pembentukannya sebagai berikut:



Gambar 4.1 Pembentukan Natrium Silikat

Tahap kedua adalah pembuatan natrium aluminat sebagai sumber utama aluminium dalam sintesis zeolit. Proses pembuatan natrium aluminat dilakukan dengan melarutkan aluminium hidroksida dalam NaOH 3 M secara perlahan-lahan lalu didiamkan dengan reaksi pembentukannya sebagai berikut:



Gambar 4.2 Pembentukan Natrium Aluminat

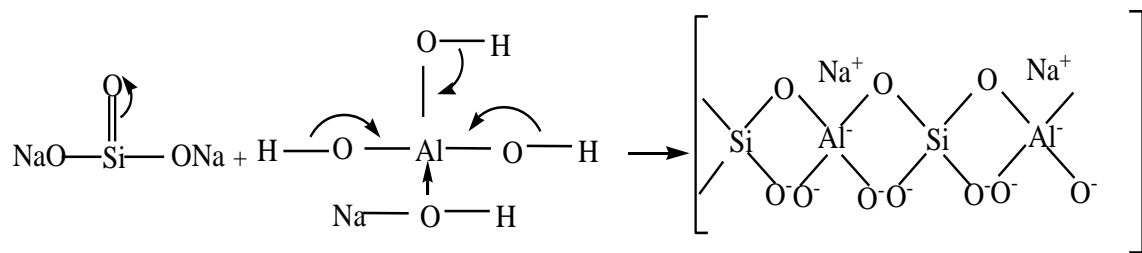
NaOH digunakan sebagai aktivator dalam pembentukan garam silikat dan aluminat. Penambahan NaOH selain sebagai reagen juga berfungsi sebagai *metalizer* yang menetralkan muatan negatif yang berlebih pada Aluminium yang

terdapat pada zeolit. Selain itu Na^+ yang terdapat pada NaOH memiliki peranan penting dalam sintesis zeolit karena kemampuannya dalam menstabilkan unit pembentuk kerangka zeolit (Kristiyani, 2012: 16).

Tahap selanjutnya adalah sintesis zeolit dengan menambahkan natrium aluminat ke dalam natrium silikat dengan perbandingan volume 1;1 secara perlahan-lahan dan penambahan surfaktan SDBS 0,25 M dan 0,5 M. Penambahan larutan surfaktan tersebut adalah untuk mengarahkan pembentukan pori. SDBS difungsikan seperti agen yang mengarahkan struktur kristal zeolit. Campuran kemudian dihomogenkan menggunakan shaker selama 4 jam sampai terbentuk gel. Gel yang terbentuk dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada suhu 120°C dan dimasukkan ke dalam autoklaf agar suhu larutan cepat naik. Kemudian dihidrotermal dalam autoklaf selama 2 jam dengan suhu 120°C untuk pembentukan kristal zeolit.

Reaksi pembentukan zeolit secara umum ditunjukkan seperti reaksi berikut:

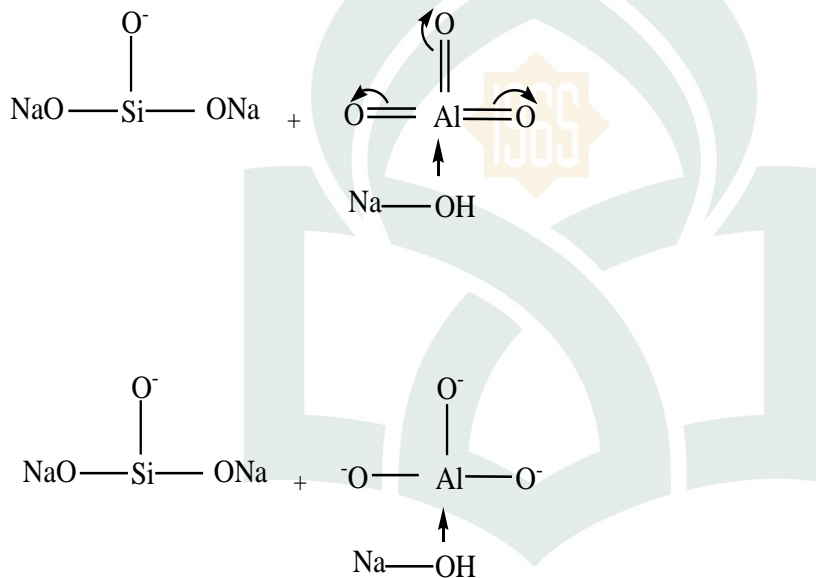




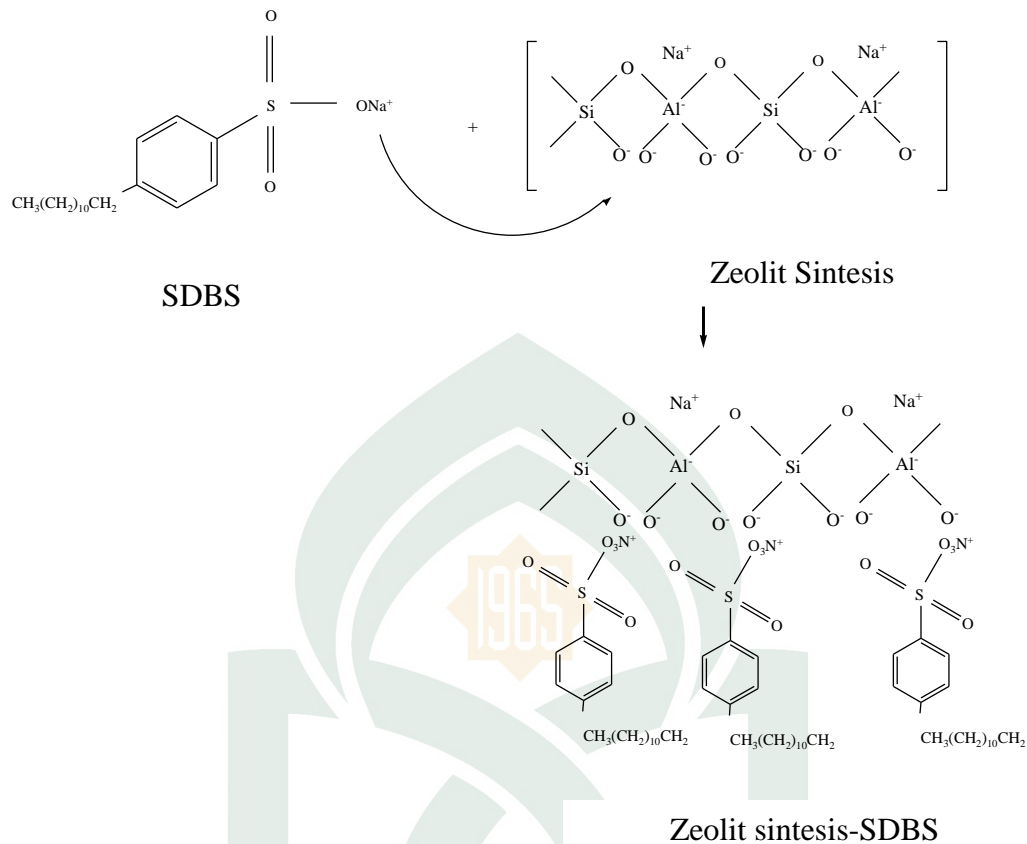
Natrium Silikat

Natrium Aluminat

Zeolit Sintesis

**Gambar 4.3** Pembentukan Zeolit Sintesis

Pembentukan zeolit terjadi karena adanya proses pelarutan silika dan alumina yang terdapat dalam abu sekam padi membentuk natrium silikat dan natrium aluminat. Kedua larutan tersebut saling bereaksi membentuk senyawa baru berupa kerangka alumina silikat dengan berbagai sisi aktif yang dapat digunakan untuk menyerap ion-ion logam berat. Reaksi pembentukan zeolit dengan penambahan surfaktan SDBS pada campuran larutan silika dan alumina.



Gambar 4.3 Reaksi penambahan SDBS pada zeolit sintesis

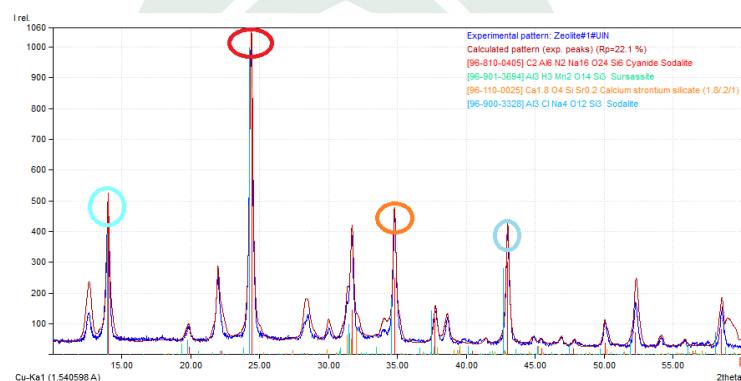
Surfaktan SDBS merupakan surfaktan anionik yang banyak terdapat dalam produk sabun dan detergen. Surfaktan SDBS berinteraksi dengan struktur zeolit yang terdiri atas suatu atom pusat Si atau Al yang dikelilingi oleh empat atom oksigen yaitu $[\text{SiO}_4]^{4-}$ atau $[\text{AlO}_4]^{4-}$. Interaksi lebih lanjut antara zeolit dan surfaktan merupakan awal pembentukan inti zeolit, selanjutnya akan berlangsung pertumbuhan kristal zeolit.

3. Analisis XRD pada zeolit sintesis

Metode XRD (*X-Ray Diffraction*) merupakan suatu metode analisis kualitatif yang memberikan informasi mengenai kekristalan suatu mineral tertentu yang terkandung di dalam sampel yang *discan* menggunakan radiasi Cu dengan

voltase 40 kV dan arus sebesar 30 mA dengan rentang sudut 2θ (15° - 50°). Data yang diperoleh berupa intensitas dan sudut (2θ) yang kemudian dicocokkan dengan data standar pola difraksi sinar-X JCPDS (*Joint Committee For Powder diffraction Standar*) untuk mengidentifikasi senyawa yang terdapat dalam sampel.

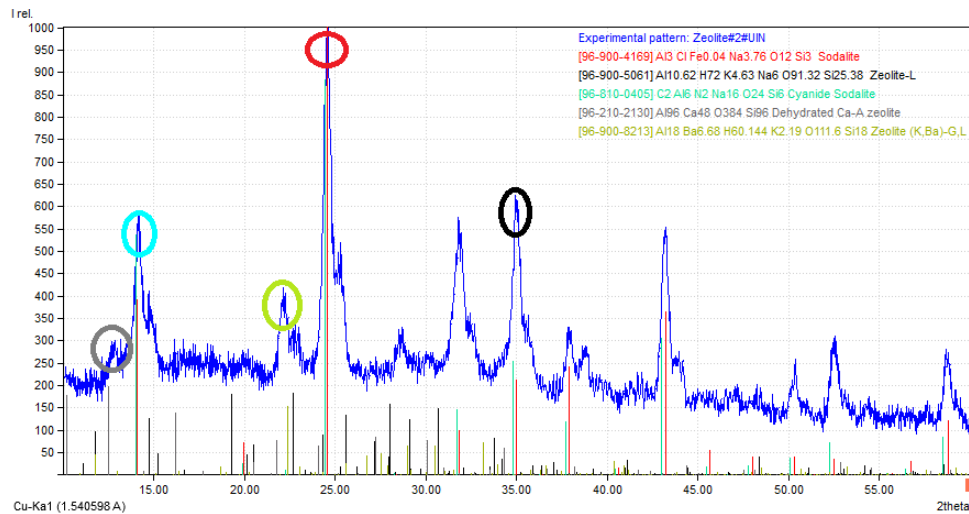
Difraktogram zeolit sintesis-tanpa SDBS dapat dilihat pada Gambar 4.5 puncak utama muncul pada sudut 2θ : 25,08 sianida sodalit, 2θ : 14,04 sursassite, 2θ : 34,86 kalsium stromsium silikat dan 2θ : 43,05 sodalit.



Gambar 4.5. Difraktogram zeolit sintesis tanpa SDBS (ZS1)

Keterangan : ○ sianida sodalit
○ sursassite
○ kalsium stromsium silikat
○ Sodalit

Difraktogram zeolit sintesis-SDBS 0,25M (ZS2) puncak utama muncul pada sudut 2θ : 24,84 sodalit, 2θ : 34, 89 zeolit L, 2θ : 14,70 sianida sodalit, 2θ : 12,66 dehidrated Ca-A zeolit, dan 2θ : 23,06 zeolit (K,Ba)-G,L.

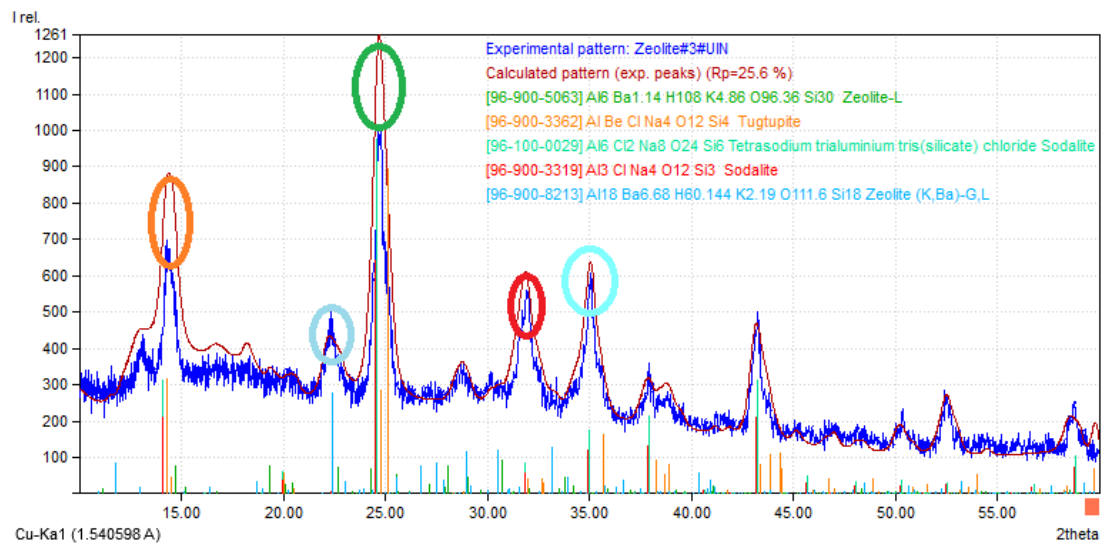


Gambar 4.6. Difraktogram zeolit sintesis dengan SDBS 0,25M (ZS2)

Keterangan :

- Sodalit
- Zeolite L
- Sianida sodalit
- DehidratedCa-A Zeolit
- Zeolit (K,Ba)-G,L

Difraktogram zeolit sintesis-SDBS 0,5M (ZS3) puncak utama muncul pada sudut 2θ : 24,46 Zeolit L, 2θ : 14,37 tugtupite, 2θ : 35,50 tetrasodium triamilum tris(silikat) klorida sodalit, 2θ : 33,20 sodalit dan 2θ : 22,31 zeolit (K,Ba)-G,L.



Gambar 4.7. Difraktogram zeolit sintesis dengan SDBS 0,5M (ZS3)

Keterangan :

- Zeolit L
- Tugtupite
- Tetrasodium trialuminium tris(silikat) sianida klorida
- Sodalit
- Zeolit (K,Ba)-G,L

Pola difraksi atau difraktogram zeolit sintesis dapat terlihat pada Gambar 4.1; 4.2 dan 4.3 dengan perlakuan perbedaan penambahan surfaktan SDBS menghasilkan pola yang berbeda. Pola tersebut memperlihatkan adanya perbedaan yang muncul pada ketajaman puncak seiring bertambahnya konsentrasi SDBS yang digunakan. Difraktogram tersebut menunjukkan bahwa mineral yang diperoleh dalam sampel zeolit sintesis merupakan mineral kristal yang dapat dilihat dari puncak-puncak tajam yang muncul.

Tipe zeolit L muncul pada ZS2 dan ZS3 dengan intensitas 28,1% dan 28,8% data tersebut menunjukkan adanya peningkatan intensitas pada konsentrasi SDBS 0,5 M (ZS3). Hasil sintesis dengan konsentrasi SDBS 0,25 M (ZS2) dan 0,5 M (ZS3) juga terdapat zeolit (K,Ba)-G,L yang sifat dan strukturnya hampir

sama dengan zeolit L, sedangkan untuk senyawa sodalit muncul disetiap hasil perlakuan zeolit tanpa SDBS (ZS1) dan zeolit-SDBS (ZS2 dan ZS3) dengan intensitas berturut-turut 9,2%; 28,8% dan 13,4%. Munculnya puncak utama disetiap sudut-sudut tertentu jika diperhatikan secara seksama mengalami pergeseran sudut dari setiap penambahan bahan yang digunakan. Perbedaan penambahan bahan pada proses hidrotermal seiring dengan adanya perubahan jenis mineral yang terkandung di dalam sampel. Intensitas puncak juga mengalami perubahan dengan meningkatnya kristalinitas senyawa.

Intensitas kristal zeolit sintesis yang paling tinggi didaerah 2θ : 24 dari ZS1 (tanpa SDBS), ZS2 (SDBS 0,25 M) dan ZS3 (SDBS 0,5 M) memiliki kecenderungan semakin tinggi intensitas relatif puncak yang dimiliki. Hal ini menunjukkan semakin besar konsentrasi surfaktan SDBS yang ditambahkan maka semakin tinggi pula intensitas relatif puncak yang dihasilkan. Peningkatan intensitas relatif puncak zeolit disebabkan oleh penataan struktur zeolit oleh surfaktan (Warsito, dkk: 2008). Selain, penambahan surfaktan intensitas kristal zeolit juga dipengaruhi oleh suhu dan waktu hidrotermal.

Semakin tinggi suhu yang digunakan maka intensitas kristalnya juga akan semakin tinggi. Suhu proses hidrotermal yang tinggi akan meningkatkan jumlah tumbukan antara abu sekam padi dengan NaOH yang mempercepat dan meningkatkan pembentukan kristal zeolit. Kenaikan suhu tidak memberikan perubahan produk yang begitu banyak. Kenaikan suhu hanya meningkatkan intensitas fase kristal dan berkurangnya fase amorf (Jumaeri, dkk., 2011: 28-30).

Waktu hidrotermal juga berpengaruh cukup besar terhadap pembentukan inti dan pertumbuhan kristal. Disamping itu alat hidrotermal yang digunakan juga memberi pengaruh dalam pertumbuhan zeolit yang disintesis, dimana tekanan

yang tidak konstan menyebabkan suhu dalam proses sintesis tidak stabil sehingga berpengaruh dalam pertumbuhan kristal (sholichah, 2013: 124).

Difraktogram zeolit sintesis menunjukkan bahwa intensitas Kristal zeolit yang tinggi diperoleh pada SDBS 0,5M (ZS3). Akan tetapi, intensitas kristal zeolit pada ZS2 dan ZS3 masih terdapat puncak-puncak kecil yang terlihat dalam spektrum yang menunjukkan masih terdapat zat-zat pengotor yang terdapat di dalamnya. Sedangkan intensitas kristal zeolit pada ZS1 memperlihatkan spektrum yang runcing menandakan bahwa susunannya lebih teratur.

4. Uji adsorbtivitas zeolit terhadap logam timbal

Aplikasi zeolit sintesis dalam menyerap logam timbal yang dibuat secara simulasi dalam laboratorium dengan konsentrasi 20 ppm dalam volume 50 mL. Konsentrasi 20 ppm dalam volume 50 mL mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Nurhasni, dkk (2014), yaitu jika digunakan jumlah ion logam yang lebih banyak akan menyebabkan permukaan menjadi lebih cepat jenuh dan efisiensi penyerapan untuk ion logam timbal mencapai 93,73% dengan kapasitas serapan maksimum terjadi pada konsentrasi 20 ppm.

Zeolit sintesis diuji tingkat adsorbtivitasnya terhadap logam timbal (Pb) untuk mengetahui kemampuan zeolit dalam mengadsorpsi logam tersebut. Namun, penelitian ini terbatas pada keingintahuan terhadap kemampuan zeolit dalam menyerap logam timbal saja sehingga optimasi seperti pengaruh pH, konsentrasi, massa adsorben dan waktu kontak terhadap penyerapan ion logam timbal tidak dilakukan.

Uji adsorbtivitas menggunakan waktu kontak optimum yang dilakukan oleh Kristiyani (2012) yaitu 40 menit dengan tingkat efisiensi adsorpsi zeolit ZS1, ZS2 dan ZS3 secara berturut-turut mencapai 99,47%, 95,78% dan 94,67% dari nilai tersebut dapat memberikan informasi bahwa zeolit tersebut efektif dalam

menyerap logam Pb. Sintesis zeolit pada ZS2 dan ZS3 terjadi penurunan tingkat adsorpsi yang dikarenakan penambahan surfaktan SDBS pada proses hidrotermal. Surfaktan SDBS tidak terdekomposisi secara sempurna pada saat dipanaskan yang mengakibatkan SDBS tersebut masih tertinggal dalam pori-pori zeolit sehingga penyerapan zeolit sintesis terhadap logam Pb^{2+} mengalami penurunan daya serap (Warsito, dkk 2008).



BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan tentang zeolit sintetis dari abu sekam padi dapat disimpulkan bahwa zeolit sintesis-tanpa SDBS dan zeolit sintesis-SDBS 0,25 M dan SDBS 0,5 M dapat mengadsorpsi logam timbal (Pb) dengan tingkat efisiensi sebesar 99,47%, 95,78% dan 94,67% serta masing-masing memiliki jenis mineral penyusun yang dominan seperti sianida sodalit, sodalit dan zeolit L.

B. Saran

Saran yang dapat disampaikan dalam penelitian ini adalah dalam tahap sintesis zeolit dari abu sekam padi dengan penambahan surfaktan *sodium dodecyl benzene sulfonate* (SDBS) perlu dilakukan metode kalsinasi melihat kemungkinan adanya pengaruh surfaktan SDBS dalam proses adsorpsi.

DAFTAR PUSTAKA

Al-Quranul Qarim

Amelia, Rizki. Dkk. "Preparasi Silika, Alumina untuk Menurunkan Kadar Ion Logam Cd^{2+} dan Pb^{2+} sebagai Co Ion dalam Campuran" *Kimia FMIPA* 1, no 1 (2011): h: 1-8.

Azhar, Chairil. "Kajian Morfologi dan Produksi Tanaman Padi (*Oryza sativa* L.) Varietas Cibogo Hasil Radiasi Sinar Gamma Pada Generasi M3". *Skripsi. Fakultas Pertanian Sumatera Utara Sumatera* (2010).

Bahri, Samsul. "Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Rasio Molar Si/Al Menggunakan Metode Sol-Gel". *Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim I Malang* (2015).

Darmono. *Logam dalam Sintetis Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI-Press, 1995.

Departemen Agama Republik Indonesia, *Al-Qur'an dan Terjemahnya*, 2006.

Ernawan, Danang, Sudadi dan Sumami. "Pengaruh Penggenangan Dan Konsentrasi Timbal (Pb) Terhadap Pertumbuhan Dan Serapan Pb *Azolla microphylla* Pada Tanah Berkarakter Kimia Berbeda". *Skripsi Jurusan/Program Studi Ilmu Tanah, Fakultas Pertanian, Universitas Sebelas Maret, Surakarta*, 2010.

Fuadi, A.M, dkk. "Pembuatan Zeolit Sintesis dari Sekam Padi" *Simposium Nasional* 1, no. 1 (2012), h: 55-62.

Hamzah. *Analisis Kimia Metode Elektroskopi*. Makassar: Alauddin University-Press, 2013.

Ibnu Kasir Ad-DimasyQi, Al-Imam Abul Fida Isma'il. *Tafsir Ibnu Kasir*. Kampungunnah.org.

Iskandar, Alex. "Modifikasi Zeolit Alam *Clinoptilolite* Dengan *Polyallylamine Hydrochloride* dan *Polyacrylic Acid* Sebagai Adsorben *Hexadecyltrimethyl Ammonium Bromide* dan *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate*". *Skripsi Jurusan/Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Univeritas Indonesia Depok* (2008).

Jumaeri, dkk. "Pemanfaatan Zeolit Dari Abu Sekam Padi Dengan Aktivasi Asam Untuk Menurunkan Kesadahan Air" *FMIPA* (2015), h: 150-159.

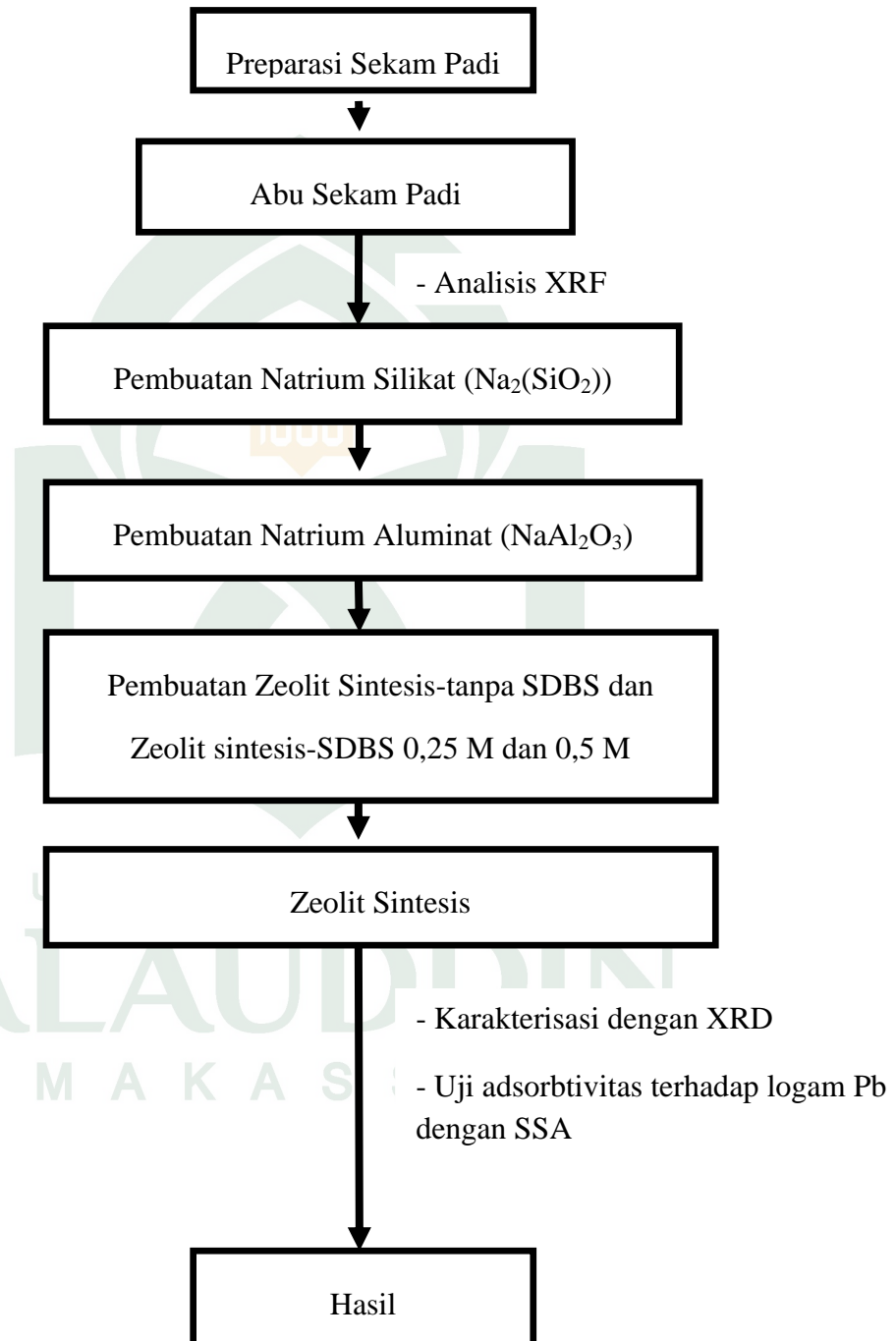
Junaedi, Nurul Fadhillah, dkk. "Pemanfaatan Arang Sekam Padi Sebagai Adsorben Untuk Menurunkan Ion Logam Berat dalam Air Limbah Timbal (Pb)" *Teknik Sipil* (2015), h:1-12.

- Krishnarao R. V., Subrahmanyam J., Kumar, T. J. “*Studies on the formation of black in rice husk silica ash*”. *Ceramic Society* 2, no. 1 (2001), h: 99 – 104.
- Kurniawati, Dania. “Sintesis Zeolit dari Abu Layang Batu Bara Secara Hidrotermal Melalui Proses Peleburan dan Aplikasi Untuk Penurunan Logam Cr (Krom) dalam Limbah Industri Penyamakan Kulit”. *Skripsi Jurusan/Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang Semarang* (2010).
- Ma’rifat, dkk., “Sintesis Zeolit dari Abu Dasar Batubara dan Aplikasinya Sebagai Absorben Logam Merkuri”. *Kimia* 9, no. 1 (2014), h. 73-83.
- Mubaroq, Irfan Abdurrachman. “kajian Bionutrisi Caf Dengan Penambahan Ion Logam Terhadap Pertumbuhan dan Perkembangan Tanaman Padi”. *Sains dan Teknologi* 4, no 2 (2013), h. 135-141.
- Palar, Heryando. *Pencemaran dan Teksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta, 2008.
- Prasad C.S., Maiti K.N., Venugopal R. “*Effect of Rice Husk Ash in Whiteware Compositions*”, *Ceramic International*, 27, (2001), h: 629-635.
- Putra, Riandy., Khamidinal dan Didik Krisdiyanto. “Adsorpsi Ion Mn (II) Pada Zeolit yang Disintesis dari Abu Dasar Batubara Termodifikasi Ditison”. *Teknik Kimia ISSN 1693-4393* (2015), h. 1-11.
- Putranto, Thomas Triadi. “Pencemaran Logam Berat Merkuri (Hg) Pada Tanah”. *Teknik Universitas Diponegoro* 32, no. 1, ISSN 0852-1697 (2011), h. 61-71.
- Saputra, R. “Pemanfaatan Zeolit Sintetis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri. *Buletin IPT* 1, no. IV (2006), h: 8-20.
- Siaka, I. M. “Korelasi Antara Kedalaman Sedimen di Pelabuhan Benoa dan Konsentrasi Logam Berat Pb dan Cu”. *Kimia* 2, no 2 (2008), h. 61-70.
- Septiyana dan Prasetyoko. “Sintesis ZSM-5 Berbahan Dasar Koalin Menggunakan Metode Hidrotermal” *Sains dan Seni* 1, no. 1 (2012), h. 1-4.
- Shihab, M Quraish. *Tafsir Al_Misbah Pesan, Kesan dan Keseharian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sya’ban, Qosim. “Penyerapan Logam Aluminium (Al) dan Besi (Fe) dalam Larutan Sodium Silikat Menggunakan Karbon Aktif”. *Skripsi Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Syarif Hidayatullah Jakarta* (2010).
- Utomo, Pranjoto dan Isti Yunita. “Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi pada Temperatur Kamar” *FMIPA* (2014), h. 3-20.

- Wardalia. “ Karakterisasi Pembuatan Adsorben dari Sekam Padi Sebagai Pengadsorpsi Logam Timbal (Pb) pada Limbah Cair”, *Integrasi Proses* 6, no. 2 (2016), h: 83-88.
- Warsito, Sri, dkk. “Pengaruh Penambahan Surfaktan *Cetyltrimethylammonium Bromide (n-CTMABr)* pada Sintesis Zeolit Y”. *MIPA* 2, no 1 (2008), h: 1-13.
- Wulan, Resty Rahma. “Modifikasi Bentonit Al Menggunakan Poli (Dialildimetilamonium) dan Polistriren Sulfonat Sebagai Adsorben Ion Co(II) Dalam Limbah Cair”. *Skripsi Jurusan/Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Univeritas Indonesia Depok* (2012).
- Wulandari, E, dkk. “Kandungan Logam Berat Pb pada Air laut dan Tiram *Saccostrea glomerata* sebagai Bioindikator Kualitas Perairan Prigi, Trenggalek, Jawa timur”. *Penelitian Perikanan* 1, no. 1 (2012), h. 10-14.



LAMPIRAN 1
SKEMA PENELITIAN



LAMPIRAN 2

Kurva kalibrasi standar timbal (Pb)

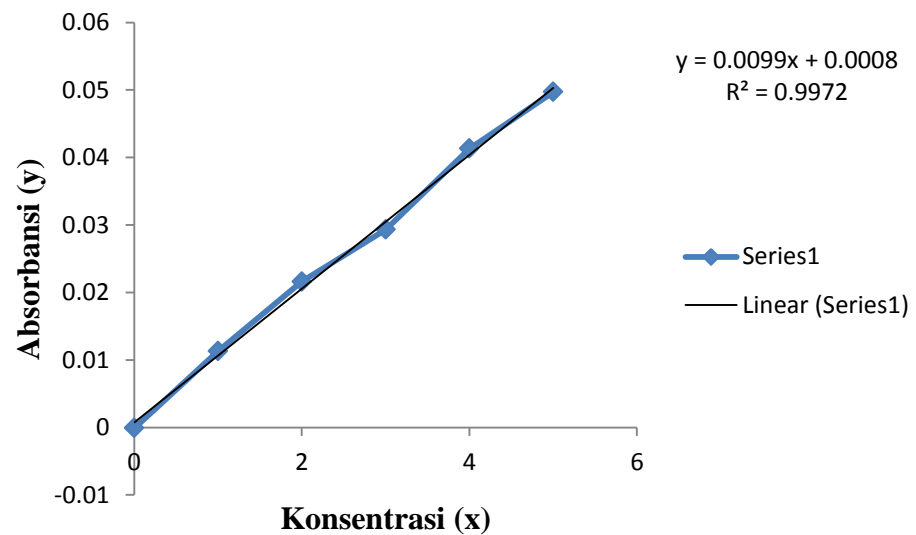
A. Penentuan kurva kalibrasi standar timbal (Pb)

1. Penentuan kurva kalibrasi standar timbal (Pb)

Tabel 1. Data Penentuan Kurva kalibrasi standar timbal (Pb)

No.	Konsentrasi (x)	Absorban (y)	x^2	y^2	xy
1	Blanko	0,0000	0	0,0000	0,0000
2	1	0,0113	1	0,00013	0,0113
3	2	0,0216	4	0,00047	0,0432
4	3	0,0295	9	0,00086	0,0879
5	4	0,0413	16	0,00171	0,1652
6	5	0,0497	25	0,00247	0,2485
N = 6	15	0,1531	55	0,00562885	0,5561

2. Grafik kurva larutan standar



Analisis Data:

a. Persamaan garis linear

$$Y = bx - a$$

$$b = \frac{n \times \sum xy - \sum x \times \sum y}{n \times \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$b = \frac{5 \times 0,5561 - 15 \times 0,1531}{5 \times 55 - (15)^2}$$

$$b = \frac{3,3366 - 2,2965}{330 - 225}$$

$$b = \frac{1,0401}{105}$$

$$b = 0,0099$$

$$a = y \text{ rata-rata} - b x \text{ rata-rata}$$

$$= 0,0255 - 0,0099 (2,5)$$

$$= 0,00075$$

b. Penentuan nilai regresi (R)

$$R^2 = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{\sqrt{[(n \sum x^2) - (\sum x)^2] \times [(n \sum y^2) - (\sum y)^2]}}$$

$$R^2 = \frac{6(0,5561) - 15(0,1531)}{\sqrt{[(6 \cdot 55) - (15)^2] \times [(6 \cdot 0,00562855) - (0,1531)^2]}}$$

$$R^2 = \frac{3,3366 - 2,2965}{\sqrt{[(330 - 225) \times [0,0337713 - 0,02343961]}}}$$

$$R^2 = \frac{1,0401}{\sqrt{105 - 0,01033169}}$$

$$R^2 = \frac{1,0401}{\sqrt{1,0848}}$$

$$R^2 = \frac{1,0401}{1,0415}$$

$$R^2 = 0,9986$$

Sehingga persamaan garis linearnya yaitu:

$$Y = bx - a$$

$$Y = 0,0099 x - 0,00075$$

B. Contoh perhitungan pembuatan larutan induk Pb(II) 1000 ppm dari



Dik: Ar Pb = 207

Ar N = 14

Ar O = 16

Mr = 1xAr Pb + 2 x Ar N + 6 x Ar O

= 1x207 + 2x14 + 6x16

= 207+28+96

= 331

Ppm = $\frac{\text{Ar Pb}}{\text{Mr Pb(NO}_3)_2} \times \frac{\text{mg}}{\text{l}}$

1000 $\frac{\text{mg}}{\text{l}}$ = $\frac{207}{331} \times \frac{\text{mg}}{\text{l}}$

331.000 $\frac{\text{mg}}{\cancel{\text{l}}}$ = 207 $\cancel{\text{l}}$ x mg

331.000 mg = 207 x mg

mg = $\frac{331.000}{207}$

= 1.599 mg

= 1,599 g

C. Contoh perhitungan pembuatan larutan standar

Pembuatan Larutan Baku 100 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

Dimana V_1 = Volume awal Larutan (mL)

V_2 = Volume akhir Larutan (mL)

M_1 = konsentrasi awal (ppm)

M_2 = konsentrasi akhir (ppm)

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1000 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \times 100 \text{ ppm}$$

$$V_1 = \frac{10.000 \text{ mL ppm}}{100 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Perhitungan yang sama dapat digunakan untuk pembuatan larutan standar 1-5 ppm.

Tabel 1. Pembuatan larutan standar

Larutan standar (ppm)	Volume awal (V_1) larutan
1	1
2	2
3	3
4	4
5	5

LAMPIRAN 3

Adsorbtivitas zeolit sintesis terhadap logam timbal (Pb)

A. Contoh perhitungan kapasitas adsorpsi zeolit sintesis terhadap logam Pb

$$q_e = \frac{(C_o - C_e) V}{W_a}$$

Keterangan:

q_e : Kapasitas adsorpsi (mg/g)

C_o : Konsentrasi awal (mg/L)

C_e : Konsentrasi akhir (mg/L)

V : Volume larutan (L)

W_a : Berat zeolit sintesis (g)

Untuk ZS1

$$\begin{aligned} q_e &= \frac{(C_o - C_e) V}{W_a} \\ &= \frac{(20 \text{ mg/L} - 0,106 \text{ mg/L}) 0,05 \text{ L}}{0,5 \text{ g}} \\ &= \frac{(19,894 \text{ mg/L}) 0,05 \text{ L}}{0,5 \text{ g}} \\ &= \frac{0,9947 \text{ mg}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 1,9894 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

Perhitungan yang sama seperti ZS1 dapat digunakan untuk mencari ZS2 dan ZS3.

Tabel 3.1 Kapasitas adsorpsi zeolit sintesis terhadap logam Pb

Kapasitas adsorpsi terhadap logam Pb (mg/g)		
ZS1	ZS2	ZS3
1,9894	1,91566	1,89344

B. Efisiensi Penyerapan (%) Zeolit Sintesis terhadap Logam Timbal (Pb)

$$\% \text{ Pb teradsorpsi} = \frac{c_o - c_e}{c_o} \times 100\%$$

Keterangan:

Pb teradsorpsi (%)

c_o : Konsentrasi awal (mg/L)

c_e : Konsentrasi akhir (mg/L)

Untuk ZS1

$$\begin{aligned} \% \text{ Pb teradsorpsi} &= \frac{c_o - c_e}{c_o} \times 100\% \\ &= \frac{(20 \text{ mg/L} - 0,106 \text{ mg/L})}{20 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= \frac{(19,894 \text{ mg/L})}{20 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 99,47\% \end{aligned}$$

Perhitungan yang sama seperti ZS1 dapat digunakan untuk mencari ZS2 dan ZS3.

Tabel 3. Efisiensi penyerapan (%) zeolit sintesis terhadap logam Pb

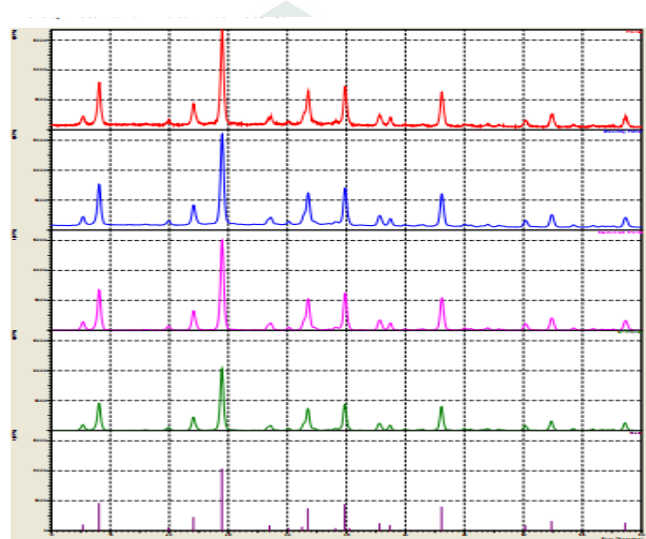
Efisiensi penyerapan (%) terhadap logam Pb		
ZS1	ZS2	ZS3
99,47	95,78	94,67

LAMPIRAN 4

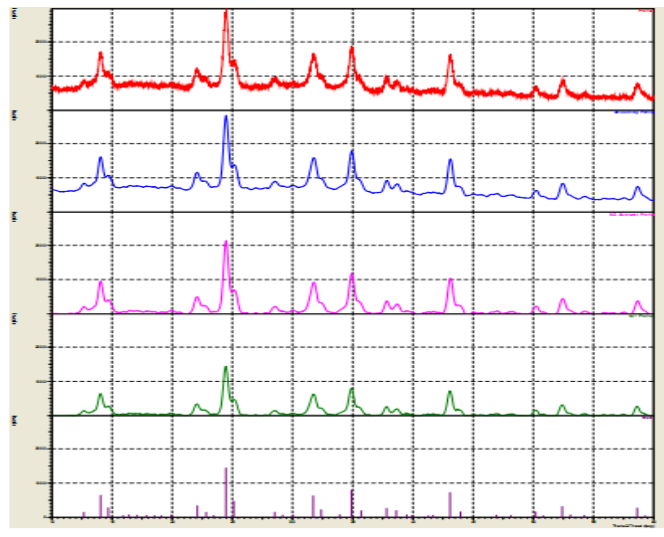
Analisis XRD Zeolit Sintesis

A. Difraktogram zeolit sintesis

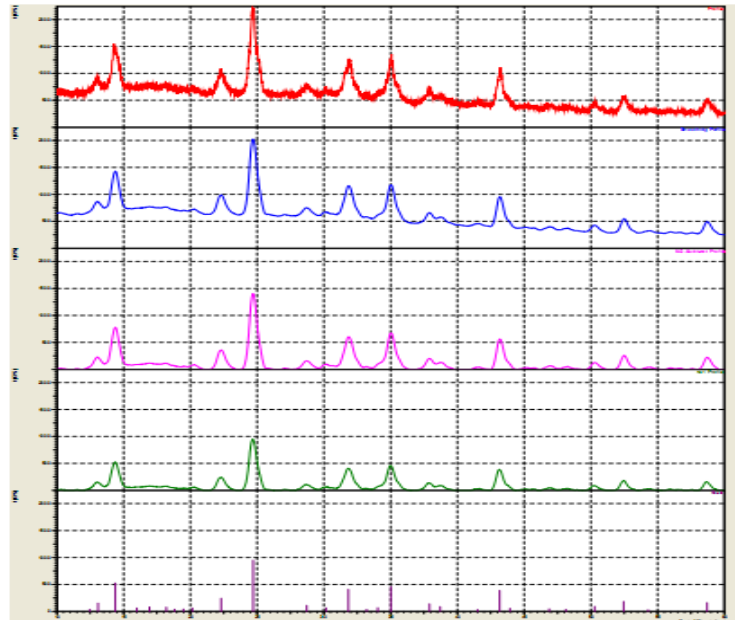
1. Zeolit sintesis-tanpa SDBS (ZS1)



2. Zeolit sintesis-SDBS 0,25 M (ZS2)



3. Zeolit sintesis-SDBS 0,5 M (ZS3)



LAMPIRAN 5

DOKUMENTASI

Preparasi Sekam Padi



Sekam Padi



Penjemuran sekam dibawah sinar matahari langsung



Pengeringan dengan oven pada suhu 105°C selama 2 jam



Pengabukan sekam padi dalam furnace suhu 600°C selama 4 jam



Pengayakan abu sekam padi menggunakan ayakan 100 mesh



Penimbangan Abu Sekam padi



Perendaman abu sekam padi selama 4 jam



Penyaringan abu sekam padi hasil refluks



Pengeringan Abu sekam padi hasil refluks

Pembuatan Larutan Natrium Silikat



ASP hasil refluks ditambahkan NaOH 6 M



Pemanasan dan pengadukan ASP



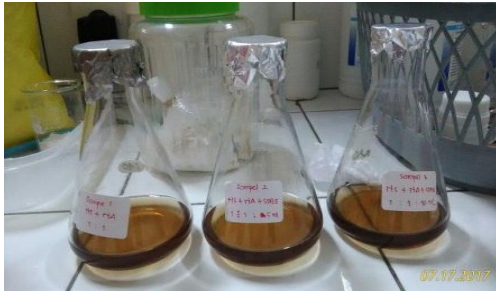
Penyaringan ASP sehingga diperoleh larutan Natrium Silikat

Pembuatan Larutan Natrium Aluminat



Pemanasan larutan NaOH sambil di tambahkan sedikit-demi sedikit $\text{Al}(\text{OH})_3$ sebanyak 15 gram sehingga diperoleh larutan natrium aluminat

Sintesis Zeolit



Larutan Natrium Silikat
(ZS1, ZS2 dan ZS3)
sebanyak 50 mL



Penambahan larutan
natrium aluminat (ZS1, ZS2
dan ZS3)



Pengadukan sampel
dengan shaker
selama 4 jam



Pemanasan sampel
selama 2 jam



Mengautoklaf
sampel selama 2 jam



Proses Penyaringan
sampel



Pemanasan sampel ± 5
jam dengan suhu 120°C



Zeolit sintesis ZS1,
ZS2 dan ZS3

Uji Adsorbtivitas Zeolit Sintesis Terhadap Logam Timbal (Pb)



Larutan Baku Pb 100 ppm



standar Pb 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm



0,5 gram zeolit sintesis



Penambahan 50 mL larutan pb 20 ppm



Pengadukan dengan shaker



Proses penyaringan larutan uji



Uji adsorbansi dengan SSA

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI

RIWAYAT HIDUP

Putriani, gadis yang biasa disapa “putri” ini dilahirkan di Pattiroang,



Sulawesi Selatan pada tanggal 11, oktober 1995. Ia merupakan anak ke-3 dari tiga bersaudara. Merupakan anak dari pasangan Daeng Manja dan Daeng Tija. Mulai mengecap pendidikan formal pada tahun 2001 dari Madrasah Ibtidaiyah Sicini dan lulus pada tahun 2007. Pada tahun yang sama, penulis melanjutkan pendidikannya ke tingkat Sekolah Menengah Pertama (SMP)

Negeri 2 Parigi dan lulus pada tahun 2010, dan dengan keinginan untuk memperoleh pendidikan yang lebih baik lagi pada tahun yang sama pula penulis melanjutkan pendidikan ke tingkat Sekolah Menengah Atas (SMA) Negeri 1 Tinggimoncong dan berhasil menyelesaikan study SMA-nya pada tahun 2013. Kemudian pada tahun yang sama pula, penulis mengikuti pendaftaran Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNM-PTN) di Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar. Alhamdulillah sekarang tercatat sebagai mahasiswa Jurusan “KIMIA” Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Alauddin Makassar.